

Document made available under the Patent Cooperation Treaty (PCT)

International application number: PCT/JP05/004858

International filing date: 11 March 2005 (11.03.2005)

Document type: Certified copy of priority document

Document details: Country/Office: JP
Number: 2004-105117
Filing date: 31 March 2004 (31.03.2004)

Date of receipt at the International Bureau: 28 April 2005 (28.04.2005)

Remark: Priority document submitted or transmitted to the International Bureau in compliance with Rule 17.1(a) or (b)



World Intellectual Property Organization (WIPO) - Geneva, Switzerland
Organisation Mondiale de la Propriété Intellectuelle (OMPI) - Genève, Suisse

日 本 国 特 許 庁
JAPAN PATENT OFFICE

11.3.2005

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出 願 年 月 日
Date of Application: 2 0 0 4 年 3 月 3 1 日

出 願 番 号
Application Number: 特 願 2 0 0 4 - 1 0 5 1 1 7

パリ条約による外国への出願
に用いる優先権の主張の基礎
となる出願の国コードと出願
番号

The country code and number
of your priority application,
to be used for filing abroad
under the Paris Convention, is

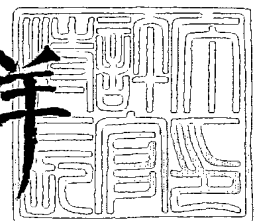
J P 2 0 0 4 - 1 0 5 1 1 7

出 願 人
Applicant(s): 株式会社日本触媒

2 0 0 5 年 4 月 1 5 日

特許庁長官
Commissioner,
Japan Patent Office

小 川 洋



【書類名】 特許願
【整理番号】 04033JP
【提出日】 平成16年 3月31日
【あて先】 特許庁長官殿
【国際特許分類】 C08F 8/00
C08J 3/00

【発明者】
【住所又は居所】 兵庫県姫路市網干区興浜字西沖 9 9 2 番地の 1 株式会社日本触媒内
【氏名】 池内 博之

【発明者】
【住所又は居所】 兵庫県姫路市網干区興浜字西沖 9 9 2 番地の 1 株式会社日本触媒内
【氏名】 鳥井 一司

【発明者】
【住所又は居所】 兵庫県姫路市網干区興浜字西沖 9 9 2 番地の 1 株式会社日本触媒内
【氏名】 阪本 繁

【発明者】
【住所又は居所】 兵庫県姫路市網干区興浜字西沖 9 9 2 番地の 1 株式会社日本触媒内
【氏名】 岩村 卓

【発明者】
【住所又は居所】 兵庫県姫路市網干区興浜字西沖 9 9 2 番地の 1 株式会社日本触媒内
【氏名】 町田 さやか

【特許出願人】
【識別番号】 000004628
【氏名又は名称】 株式会社日本触媒

【代理人】
【識別番号】 100073461
【弁理士】
【氏名又は名称】 松本 武彦

【手数料の表示】
【予納台帳番号】 006552
【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】
【物件名】 特許請求の範囲 1
【物件名】 明細書 1
【物件名】 図面 1
【物件名】 要約書 1
【包括委任状番号】 9712712

【書類名】特許請求の範囲

【請求項 1】

水溶性エチレン性不飽和モノマーを重合して得られ内部に架橋構造を有する吸水性樹脂粒子を必須とする水性液吸収剤であって、該水性液吸収剤は、吸収速度 (FSR) が 0.2 g/g/s 以上、吸水倍率 (CRC) が $5 \sim 25 \text{ g/g}$ 、生理食塩水流れ誘導性 (SFC) が $400 \times 10^{-7} \text{ cm}^3 \cdot \text{s/g}$ 以上、そして、湿潤下粒子間間隙率 (Wet Porosity) が 20% 以上である、ことを特徴とする水性液吸収剤。

【請求項 2】

水性液吸収剤が粒子形状であって、90 重量% 以上が粒子径 $150 \sim 600 \mu\text{m}$ の粒子である、請求項 1 に記載の水性液吸収剤。

【請求項 3】

前記吸水性樹脂粒子は、少なくとも一部が造粒粒子である、請求項 1 または 2 に記載の水性液吸収剤。

【請求項 4】

前記吸水性樹脂粒子はその表面が架橋されている、請求項 1 から 3 までのいずれかに記載の水性液吸収剤。

【請求項 5】

通液性向上剤を含む、請求項 1 から 4 までのいずれかに記載の水性液吸収剤。

【請求項 6】

水溶性エチレン性不飽和モノマーと該モノマーに対して 0.2 モル% 以上の内部架橋剤を含むモノマー水溶液を調製する工程、前記モノマー水溶液中の水溶性エチレン性不飽和モノマーを重合させるとともに内部架橋させて含水ゲルを形成する工程、前記含水ゲルを孔径 $0.3 \sim 6.4 \text{ mm}$ の多孔構造から押し出すことにより粉碎して粉碎ゲル粒子を得る工程、および、前記粉碎ゲル粒子を乾燥して吸水性樹脂粒子を得る工程を含む、吸水性樹脂粒子を必須として含む水性液吸収剤の製造方法。

【請求項 7】

前記粉碎ゲル粒子は、少なくとも一部が造粒物である、請求項 6 に記載の水性液吸収剤の製造方法。

【請求項 8】

前記吸水性樹脂粒子の表面を架橋する工程をも含む、請求項 6 または 7 に記載の水性液吸収剤の製造方法。

【請求項 9】

前記吸水性樹脂粒子に対して通液性向上のための処理を施す工程を含む、請求項 6 から 8 までのいずれかに記載の水性液吸収剤の製造方法。

【請求項 10】

前記通液性向上のための処理は、通液性向上剤を添加することで行う、請求項 9 に記載の水性液吸収剤の製造方法。

【請求項 11】

前記通液性向上剤は、多価金属化合物、ポリカチオン化合物および無機微粒子から選ばれる少なくとも 1 種である、請求項 10 に記載の水性液吸収剤の製造方法。

【請求項 12】

前記モノマー水溶液中のモノマー濃度が 35 重量% 以上かつ飽和濃度以下である、請求項 6 から 11 までのいずれかに記載の水性液吸収剤の製造方法。

【書類名】明細書

【発明の名称】水性液吸収剤およびその製法

【技術分野】

【0001】

本発明は、水性液吸収剤およびその製造方法に関する。より詳しくは、おむつなどの衛生材料に好ましく用いられる水性液吸収剤およびその製造方法に関する。

【背景技術】

【0002】

従来、吸水性樹脂は、水性液の吸収速度、吸収量、そして、保持性が大きいため、おむつなどの衛生材料用途においては、必要に応じ繊維材と混合して、衛生材料の吸収体を構成するようにしていた。

近年、おむつなどの衛生材料の薄型化のニーズに伴い、吸収体中の吸水性樹脂の割合が増加する傾向にある（例えば、特許文献1参照）。

【特許文献1】国際公開第95/26209号パンフレット

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0003】

吸収体中の吸水性樹脂の割合が増加することに伴い、今後の吸水性樹脂として、従来の吸水性樹脂の性能と従来の吸収体中の繊維材が担っていた性能とを併せ持った水性液吸収剤の開発が必要となっている。

このような水性液吸収剤に必要な性能としては、無加圧下、加圧下において水性液を吸収、保持する性能はもとより、繊維材の性能が大きく寄与している水性液を迅速に吸収する性能や、水性液を吸収した後に水性液を拡散させる性能、水性液を吸収した後に水性液を保持できる性能がある。

本発明の課題は、上記性能を備えた衛生材料用途その他の用途に適した水性液吸収剤を提供することにある。

【課題を解決するための手段】

【0004】

本発明者は、上記課題を解決するべく鋭意検討を行うこととしたが、これまでの経験から、上記の課題を解決するための水性液吸収剤としては、水溶性エチレン性不飽和モノマーを重合して得られ内部に架橋構造を有する吸水性樹脂粒子を必須としないことができないことを確信した。吸水性樹脂粒子は、本来、水性液を吸収し、保持する性能に優れているが、繊維材はこれらの性能をほとんど有していないからである。

そこで、この吸水性樹脂粒子を必須とすることを前提として、つぎに、水性液吸収剤の性能設計につき、種々検討を重ねた。その結果、この吸水性樹脂粒子を必須とする水性液吸収剤は、その吸水倍率（CRC）が5～25 g/gであり、かつ、その吸収速度（FSR）が0.2 g/g/s以上であることが必要であることが分かった。そして、水性液吸収剤が水性液を吸収した後、さらに水性液を垂直方向や水平方向に迅速に拡散するためには、生理食塩水流れ誘導性（SFC）が $400 \times 10^{-7} \text{ cm}^3 \cdot \text{s/g}$ 以上であることが必要であり、他方、水性液吸収剤が水性液を吸収した後、さらに水性液を保持できる水性液保持力を有するためには、湿潤下粒子間空隙率（Wet Porosity）が20%以上であることが必要であることも分かり、このことを具体化するための構成と製法も、構想し、作成し、実施し、その作用効果を確認して、本発明を完成した。

【0005】

すなわち、本発明にかかる水性液吸収剤は、水溶性エチレン性不飽和モノマーを重合して得られ内部に架橋構造を有する吸水性樹脂粒子を必須とする水性液吸収剤であって、該水性液吸収剤は、吸収速度（FSR）が0.2 g/g/s以上、吸水倍率（CRC）が5～25 g/g、生理食塩水流れ誘導性（SFC）が $400 \times 10^{-7} \text{ cm}^3 \cdot \text{s/g}$ 以上、そして、湿潤下粒子間空隙率（Wet Porosity）が20%以上である、ことを特徴とする。

上記本発明にかかる水性液吸収剤においては、
水性液吸収剤が粒子形状であって、90重量%以上が粒子径150～600 μ mの粒子であることができ、
前記吸水性樹脂粒子は少なくとも一部が造粒粒子であることができ、
前記吸水性樹脂粒子はその表面が架橋されていることができ、
該水性液吸収剤は通液性向上剤を含むことができる。

【0006】

そして、本発明にかかる水性液吸収剤の製造方法は、水溶性エチレン性不飽和モノマーと該モノマーに対して0.2モル%以上の内部架橋剤を含むモノマー水溶液を調製する工程、前記モノマー水溶液中の水溶性エチレン性不飽和モノマーを重合させるとともに内部架橋させて含水ゲルを形成する工程、前記含水ゲルを孔径0.3～6.4mmの多孔構造から押し出すことにより粉碎して粉碎ゲル粒子を得る工程、および、前記粉碎ゲル粒子を乾燥して吸水性樹脂粒子を得る工程を含む、吸水性樹脂粒子を必須として含む。

上記本発明にかかる水性液吸収剤の製造方法においては、
前記粉碎ゲル粒子は、少なくとも一部が造粒物であることができ、
該水性液吸収剤の製造方法は、前記吸水性樹脂粒子の表面を架橋する工程をも含むことができる、
該水性液吸収剤の製造方法は、前記吸水性樹脂粒子に対して通液性向上のための処理を施す工程を含むことができ、
前記通液性向上のための処理は、通液性向上剤を添加することで行うことができ、
前記通液性向上剤は、多価金属化合物、ポリカチオン化合物および無機微粒子から選ばれる少なくとも1種であることができ、
前記モノマー水溶液中のモノマー濃度が35重量%以上かつ飽和濃度以下であることができる。

【発明の効果】

【0007】

本発明によれば、例えば、おむつなどの衛生材料中の吸収体を本発明にかかる水性液吸収剤を含んで構成することで、水性液をすばやく吸収することができ、また、水性液をより広い範囲に拡散することができ、さらに、水性液吸収剤が吸収した水性液以上の量の水性液を保持できるので、衛生材料を薄型化できるなど、衛生材料用途その他の用途において顕著な働きをすることができる。

【発明を実施するための最良の形態】

【0008】

以下、本発明について詳しく説明するが、本発明の範囲はこれらの説明に拘束されることはなく、以下の例示以外についても、本発明の趣旨を損なわない範囲で適宜変更実施し得る。

本発明で用いることができる吸水性樹脂粒子は、水溶性エチレン性不飽和モノマーを重合して得られ内部に架橋構造を有する水不溶性水膨潤性ヒドロゲル形成性重合体の粒子であって、水膨潤性とは、吸水倍率が好ましくは5倍以上を示し、水不溶性とは、可溶分量が好ましくは50重量%以下、より好ましくは20重量%以下、さらには後述の範囲である。また、少なくとも生理食塩水の吸水倍率が5倍以上である。粒子形状としては、例えば、球形、球が凝集した形状、球が扁平したような形状、不定形破碎形状、不定形破碎物が造粒した形状、孔を有する発泡した形状のものである。なお、本発明においては、吸水性樹脂粒子を単に吸水性樹脂と称することもある。

【0009】

本発明における水性液吸収剤とは、吸水性樹脂を主成分とし、必要により少量ないし微量の添加剤や水を含む、水性液体の吸収固化剤のことを指し、吸水性樹脂の含有量は水性液吸収剤全体中、好ましくは70～100重量%、より好ましくは80～100重量%、さらに好ましくは90～100重量%である。少量ないし微量成分としては、通常は水が主成分ないし必須とされ、さらには後述の通液性向上剤や添加剤等が使用される。

なお、水性液体としては、水に限らず、尿、血液、糞、廃液、湿気や蒸気、氷、水と有機溶媒ないし無機溶媒の混合物、雨水、地下水など、水を含めば特に限定されないが、好ましくは、尿、特に人尿の吸収固化剤とされる。

【0010】

水不溶性水膨潤性ヒドロゲル形成性重合体またはその粒子の具体例としては、部分中和架橋ポリアクリル酸重合体（米国特許第4625001号、米国特許第4654039号、米国特許第5250640号、米国特許第5275773号、欧州特許第456136号等）、架橋され部分的に中和された澱粉-アクリル酸グラフトポリマー（米国特許第4076663号）、イソブチレン-マレイン酸共重合体（米国特許第4389513号）、酢酸ビニル-アクリル酸共重合体のケン化物（米国特許第4124748号）、アクリルアミド（共）重合体の加水分解物（米国特許第3959569号）、アクリロニトリル重合体の加水分解物（米国特許第3935099号）等が挙げられる。

【0011】

本発明の水性液吸収剤の製造方法は、本発明の物性を満たせば特に問わないが、例えば、下記の＜製法1＞～＜製法3＞で得ることができる。

＜製法1＞

不飽和単量体水溶液を特定範囲の高架橋剤量の存在下に架橋重合した後、得られた含水ゲルを特定孔径の多孔構造から押し出して粉碎して、さらに粉碎ゲルを乾燥する方法。

＜製法2＞

不飽和単量体水溶液を特定範囲の高架橋剤量および発泡剤の存在下に架橋重合した後、得られた含水ゲルを粉碎して、さらに粉碎ゲルを乾燥する方法。

【0012】

＜製法3＞

不飽和単量体水溶液を特定範囲の高架橋剤量の存在下に架橋重合した後、得られた含水ゲルを粉碎して、さらに粉碎ゲルを乾燥した後、次いで造粒する方法。

これらの製法1～3では、好ましくは、粉碎ゲルは造粒粒子であり、また、好ましくは、乾燥後に表面架橋や通液性向上剤の添加が行われ、また、好ましくは、重合は特定高濃度の水溶液で行われる。

以下、本発明の水性液吸収剤の製造方法（製法1～3、特に製法1）、さらには本発明の水性液吸収剤について順次説明する。

【0013】

水溶性エチレン性不飽和モノマーとしては、例えば、カルボキシル基含有水溶性モノマー、スルホン酸基含有水溶性モノマー、アミド基含有水溶性モノマーなどが挙げられ、好ましくは、カルボキシル基含有水溶性モノマー、特に好ましくはアクリル酸および／またはその塩である。

本発明で用いることができる吸水性樹脂粒子は、アクリル酸および／またはその塩を含む単量体を重合して得られるポリアクリル酸（塩）系架橋重合体からなる吸水性樹脂粒子であることが好ましい。

本発明においてポリアクリル酸（塩）系架橋重合体とは、アクリル酸および／またはその塩を好ましくは50～100モル%、より好ましくは70～100モル%、さらに好ましくは90～100モル%含む単量体を重合して得られる、内部に架橋構造を有する重合体である。また、重合体中の酸基は、その25～100モル%が中和されていることが好ましく、50～99モル%が中和されていることがより好ましく、55～80モル%が中和されていることがさらに好ましく、塩としてはナトリウム、カリウム、リチウム等のアルカリ金属塩、アンモニウム塩、アミン塩などの1種または2種以上を例示する事ができる。塩を形成させるための酸基の中和は、重合前に単量体の状態で行っても良いし、あるいは重合途中や重合後に重合体の状態で行っても良いし、それらを併用してもよい。

【0014】

吸水性樹脂粒子として本発明に好ましく用いられるポリアクリル酸（塩）系架橋重合体としては、主成分として用いられる水溶性エチレン性不飽和モノマー（アクリル酸および

／またはその塩）に併用して、必要により他の単量体を共重合させたものであってもよい。

他の単量体の具体例としては、メタアクリル酸、マレイン酸、ビニルスルホン酸、スチレンスルホン酸、2-（メタ）アクリルアミド-2-メチルプロパンスルホン酸、2-（メタ）アクリロイルエタンスルホン酸、2-（メタ）アクリロイルプロパンスルホン酸などのアニオン性不飽和単量体およびその塩；アクリルアミド、メタアクリルアミド、N-エチル（メタ）アクリルアミド、N-n-プロピル（メタ）アクリルアミド、N-イソプロピル（メタ）アクリルアミド、N, N-ジメチル（メタ）アクリルアミド、2-ヒドロキシエチル（メタ）アクリレート、2-ヒドロキシプロピル（メタ）アクリレート、メトキシポリエチレングリコール（メタ）アクリレート、ポリエチレングリコールモノ（メタ）アクリレート、ビニルピリジン、N-ビニルピロリドン、N-アクリロイルピペリジン、N-アクリロイルピロリジン、N-ビニルアセトアミドなどのノニオン性の親水基含有不飽和単量体；N, N-ジメチルアミノエチル（メタ）アクリレート、N, N-ジエチルアミノエチル（メタ）アクリレート、N, N-ジメチルアミノプロピル（メタ）アクリレート、N, N-ジメチルアミノプロピル（メタ）アクリルアミドおよびそれらの四級塩などのカチオン性不飽和単量体などを挙げることができる。これらアクリル酸および／またはその塩以外の単量体の使用量は、全単量体中0～30モル％が好ましく、より好ましくは0～10モル％である。

【0015】

本発明で用いることができる吸水性樹脂粒子は、内部に架橋構造を有する。

本発明に用いられる吸水性樹脂粒子に内部架橋構造を導入する方法として、架橋剤を使用しない自己架橋によって導入する方法や、1分子中に2個以上の重合性不飽和基および／または2個以上の反応性基を有する内部架橋剤を共重合または反応させて導入する方法等を例示できる。

これらの内部架橋剤の具体例としては、例えば、N, N'-メチレンビス（メタ）アクリルアミド、（ポリ）エチレングリコールジ（メタ）アクリレート、（ポリ）プロピレングリコールジ（メタ）アクリレート、トリメチロールプロパントリ（メタ）アクリレート、トリメチロールプロパンジ（メタ）アクリレート、グリセリントリ（メタ）アクリレート、グリセリンアクリレートメタアクリレート、エチレンオキサイド変性トリメチロールプロパントリ（メタ）アクリレート、ペンタエリスリトールテトラ（メタ）アクリレート、ジペンタエリスリトールヘキサ（メタ）アクリレート、トリアリルシアヌレート、トリアリルイソシアヌレート、トリアリルホスフェート、トリアリルアミン、テトラアリロキシエタン、ペンタエリスリトールトリアリルエーテル、ポリ（メタ）アリロキシアカンなどの共重合性架橋剤や、共重合性基と共有結合性基を有する内部架橋剤として、（ポリ）エチレングリコールジグリシジルエーテル、グリセロールジグリシジルエーテル、エチレンジアミン、ポリエチレンイミン、グリシジル（メタ）アクリレート、ヒドロキシエチル（メタ）アクリレート、ヒドロキシプロピル（メタ）アクリレート、グリシジル（メタ）アクリレートなどが挙げられる。

【0016】

また、その他、2個以上の共有結合性、イオン結合性基を有する内部架橋剤として、エチレングリコール、ジエチレングリコール、プロピレングリコール、トリエチレングリコール、テトラエチレングリコール、ポリエチレングリコール、1, 3-プロパンジオール、ジプロピレングリコール、2, 2, 4-トリメチル-1, 3-ペンタンジオール、ポリプロピレングリコール、グリセリン、ポリグリセリン、2-ブテン-1, 4-ジオール、1, 3-ブタンジオール、1, 4-ブタンジオール、1, 5-ペンタンジオール、1, 6-ヘキサジオール、1, 2-シクロヘキサジメタノール、1, 2-シクロヘキサノール、トリメチロールプロパン、ジエタノールアミン、トリエタノールアミン、ポリオキシプロピレン、オキシエチレン-オキシプロピレンブロック共重合体、ペンタエリスリトール、ソルビトール等の多価アルコール化合物や、亜鉛、カルシウム、マグネシウム、アルミニウム、鉄、ジルコニウム等の水酸化物又は塩化物等の多価金属化合物なども挙げられ

る。

【0017】

これらの内部架橋剤は1種のみ用いてもよいし2種以上使用してもよい。中でも、得られる吸水性樹脂の吸水特性などから、2個以上の重合性不飽和基を有する化合物を内部架橋剤として必須に用いることが好ましく、さらに、共重合性基と共有結合性基を有する内部架橋剤や、2個以上の共有結合性基やイオン結合性基を有する内部架橋剤を併用、特に、多価アルコールを併用して用いることが好ましい。

本発明において用いることができる吸水性樹脂粒子は、本発明の効果を十分に発揮させるために、高架橋の重合体であることが好ましい。内部架橋剤の使用量としては、全単量体（内部架橋剤以外の水溶性エチレン性不飽和モノマー）に対して0.005～3モル%が好ましく、より好ましくは0.01～2モル%、さらに好ましくは0.2～2モル%、特に好ましくは0.4～1.5モル%である。特に、全単量体（水溶性エチレン性不飽和モノマー）に対して0.2モル%以上の内部架橋剤を用いると、本発明の効果がより一層発揮できるために好ましい。

【0018】

また、本発明における内部架橋剤として、(i) 2個以上の重合性不飽和基を有する内部架橋剤と、(ii) 共重合性基と共有結合性基を有する内部架橋剤や共有結合性基やイオン結合性基を有する内部架橋剤を併用して用いる場合、内部架橋剤の使用量としては、全単量体（内部架橋剤以外の水溶性エチレン性不飽和モノマー）に対して、前記(i)が0.005～3モル%、(ii)が0～2.995モル%が好ましく、前記(i)が0.01～2モル%、(ii)が0～1.99モル%がより好ましく、前記(i)が0.2～2モル%、(ii)が0～1.9モル%が特に好ましい。

重合に際しては、澱粉-セルロース、澱粉-セルロースの誘導体、ポリビニルアルコール、ポリアクリル酸（塩）、ポリアクリル酸（塩）架橋体等の親水性高分子を全単量体（内部架橋剤以外の水溶性モノマー）に対して0～30重量%添加しても良いし、次亜リン酸（塩）等の連鎖移動剤を全単量体（内部架橋剤以外の水溶性モノマー）に対して0～1重量%添加してもよい。

【0019】

本発明に用いることができる吸水性樹脂粒子を得るために、上記した水溶性エチレン性不飽和モノマー、好ましくは、アクリル酸および/またはその塩を主成分とする単量体を重合するに際しては、バルク重合、逆相懸濁重合、沈澱重合を行うことも可能であるが、性能面や重合の制御の容易さから、単量体を水溶液として、水溶液重合を行うことが好ましい。かかる重合方法は、例えば、米国特許第4625001号明細書、米国特許第4769427号明細書、米国特許第4873299号明細書、米国特許第4093776号明細書、米国特許第4367323号明細書、米国特許第4446261号明細書、米国特許第4683274号明細書、米国特許第4690996号明細書、米国特許第4721647号明細書、米国特許第4738867号明細書、米国特許第4748076号明細書、欧州特許第1178059号明細書などに記載されている。

【0020】

重合を行うにあたり、過硫酸カリウム、過硫酸アンモニウム、過硫酸ナトリウム、 t -ブチルハイドロパーオキシド、過酸化水素、2, 2'-アゾビス（2-アミジノプロパン）二塩酸塩等のラジカル重合開始剤、紫外線や電子線などの活性エネルギー線等を用いることができる。また、ラジカル重合開始剤を用いる場合、亜硫酸ナトリウム、亜硫酸水素ナトリウム、硫酸第一鉄、L-アスコルビン酸等の還元剤を併用してレドックス重合としても良い。これらの重合開始剤の使用量は、全単量体に対して、0.001～2モル%が好ましく、より好ましくは0.01～0.5モル%である。

重合を行うにあたり、飽和濃度を超えるスラリー状態でも良いが、使用するモノマー水溶液中のモノマー濃度が35重量%以上で飽和濃度以下であることが好ましく、37重量%以上で飽和濃度以下であることがより好ましい。モノマー水溶液の温度は、0～100℃が好ましく、10～95℃がより好ましい。なお、飽和濃度とは、モノマー水溶液の温

度で規定される。

【0021】

上記の重合により得られた吸水性樹脂は含水ゲルであり、その形状は、一般には、不定形破砕状、球状、繊維状、棒状、略球状、扁平状等である。

得られた含水ゲルは、そのまま乾燥を行ってもよいが、好ましくは、孔径0.3~6.4 mmの多孔構造から押し出して粉砕することによって、粉砕ゲル粒子とする。このように、好ましくは高架橋（高内部架橋）の含水ゲルを特定の孔径の多孔構造から押し出して粉砕することによって、本発明の効果を十分に発揮できる粉砕ゲル粒子とすることが可能となる。孔の形状としては、円形、正方形、長方形、などの四方形、三角形、六角形など、特に限定されないが、好ましくは、円形の孔から押し出される。なお、前記の孔径とは、目開き部の外周を円の外周に換算した場合の直径で規定できる。

【0022】

粉砕ゲル粒子を得るための押し出し粉砕を行うための多孔構造の孔径は、より好ましくは0.5~4.0 mm、さらに好ましくは0.5~3.0 mmである。

多孔構造の孔径が0.3 mmよりも小さいと、ゲルが紐状になったり、あるいはゲルを押し出すことができなくなったりするおそれがある。多孔構造の孔径が6.4 mmよりも大きいと、本発明の効果を発揮することができないおそれがある。

粉砕ゲル粒子を得るための押し出し粉砕を行うための装置としては、例えば、含水ゲル状重合体を多孔板より押し出すことで破砕するもので、押し出す機構としては、スクリュウ型、回転ロール型によるもの等、含水ゲル状重合体をその供給口から多孔板に圧送できる形式のものが用いられる。スクリュウ型押し出し機は、一軸あるいは多軸でもよく、通常、食肉、ゴム、プラスチックの押し出し成型に使用されるもの、あるいは、粉砕機として使用されるものでもよい。例えば、ミートチョッパーやドームグランが挙げられる。

【0023】

本発明で用いることができる吸水性樹脂粒子は、その少なくとも一部の粒子が造粒粒子であることが好ましい。この造粒粒子は、粒子径が150 μ m未満の粒子を造粒して得られる造粒粒子であることがより好ましい。このように吸水性樹脂粒子の少なくとも一部の粒子を造粒粒子とするための方法は特に限定されず、従来公知の造粒方法を適用すればよい。例えば、温水と吸水性樹脂粒子の微粉を混合し乾燥する方法（米国特許第6228930号）や、吸水性樹脂粒子の微粉を単量体水溶液と混合し重合する方法（米国特許第5264495号）、吸水性樹脂粒子の微粉に水を加え特定の面圧以上で造粒する方法（欧州特許第844270号）、吸水性樹脂粒子の微粉を十分に湿潤させ非晶質のゲルを形成し乾燥・粉砕する方法（米国特許第4950692号）、吸水性樹脂粒子の微粉と重合ゲルを混合する方法（米国特許第5478879号）などを適用することが可能である。

【0024】

また、本発明で用いることができる吸水性樹脂粒子は、その少なくとも一部の粒子が発泡粒子であることが好ましい。発泡粒子は、アゾ系開始剤や、炭酸塩などの発泡剤を含んで重合すること、あるいは、不活性ガスをバブリングしながら気泡を含んで重合することを特徴として得られる発泡粒子であることが好ましい。

特に好ましい態様としては、前述のように、特定の内部架橋剤を含む特定濃度のモノマー水溶液を重合して、得られた含水ゲルを特定の条件、すなわち、孔径0.3~6.4 mmの多孔構造から押し出して粉砕することによって、ゲル粉砕と同時に造粒できることが見出された。この場合、粉砕と同時に造粒を行うために、水や内部架橋剤の例示に記載の多価アルコール、水と多価アルコールの混合液、水に内部架橋剤の例示に記載の多価金属を溶解した溶液あるいはこれらの蒸気等を添加しても良い。すなわち、含水ゲルを押し出して粉砕することによって得られる粉砕ゲル粒子は、好ましくは、その少なくとも一部が造粒物である。なお、造粒物とは、細かく粉砕されたゲル粒子同士が接着、凝集した形状である造粒物や、一つの粒子に、それよりも小さい粒子が接着した形状である造粒物である。造粒物であることは、複数の粒子が結合している状態を光学顕微鏡や電子顕微鏡を用いて確認することも可能であり、また、別途、水性液吸収剤が粒子状の場合、造粒によ

って、嵩比重が低下することでも確認できる。

【0025】

本発明における吸水性樹脂粒子や水性液吸収剤は、その嵩比重が、 $0.40 \sim 0.67 \text{ g/ml}$ の範囲であることが好ましく、より好ましくは $0.45 \sim 0.65 \text{ g/ml}$ の範囲、さらに好ましくは $0.50 \sim 0.60 \text{ g/ml}$ の範囲であり、かかる範囲で造粒粒子を含んでなる。嵩比重の範囲が外れたり、造粒粒子が全く含まれない場合、本発明の効果を発揮することが困難になる場合がある。このような造粒物を含んだ水性液吸収剤を得ることにより、吸収速度、吸水倍率、生理食塩水流れ誘導性、湿潤下粒子間空隙率に優れた水性液吸収剤を得ることが容易になる。

重合によって得られた含水ゲルは、好ましくは上述のように孔径 $0.3 \sim 6.4 \text{ mm}$ の多孔構造から押し出して粉碎することによって粉碎ゲル粒子を得る工程を経た後、乾燥を行うことが好ましく、乾燥の後にさらに粉碎を行うことが好ましい。

【0026】

含水ゲルまたは粉碎ゲル粒子を乾燥する条件は、特に限定されないが、好ましくは、温度が $120 \sim 250^\circ\text{C}$ 、時間が $10 \sim 180$ 分間、より好ましくは、温度が $150 \sim 200^\circ\text{C}$ 、時間が $30 \sim 120$ 分間である。また、米国特許第 4920202 号明細書に記載の乾燥方法を適用することもできる。

乾燥することにより、含水ゲルまたは粉碎ゲル粒子は、固形分 (180°C で 3 時間乾燥した際の乾燥減量を除いた重量の乾燥前の重量に対する割合で規定) が、好ましくは $70 \sim 99.8$ 重量%、より好ましくは $80 \sim 99.7$ 重量%、さらに好ましくは $90 \sim 99.5$ 重量%である。この範囲を外れると、吸水性樹脂の表面処理 (架橋) による物性向上が得られにくい。

【0027】

含水ゲルまたは粉碎ゲル粒子を、好ましくは乾燥した後に、粉碎する条件は、特に限定されないが、例えば、ロールミル、ハンマーミル等、従来から知られている粉碎機を使用することができる。粉碎によって得られる形状は、不定形破砕状であることが好ましく、一部、表面積が大きくて造粒された形状の粒子を含んでいることがより好ましい。

本発明において用いることができる吸水性樹脂粒子は、例えば、さらに分級することなどによって、重量平均粒子径を好ましくは $150 \sim 500 \mu\text{m}$ 、より好ましくは $200 \sim 400 \mu\text{m}$ 、さらに好ましくは $250 \sim 380 \mu\text{m}$ に調整する。また、対数標準偏差 (σ) を好ましくは $0.45 \sim 0.20$ 、より好ましくは $0.35 \sim 0.22$ 、さらに好ましくは $0.30 \sim 0.25$ に調整する。本発明において用いることができる吸水性樹脂粒子について、重量平均粒子径と対数標準偏差 (σ) をこのように調整することによって、本発明の効果をより一層発揮することができる。

【0028】

本発明において、必要に応じて分級する場合、分級する際に用いる篩は、分級効率を考慮して選択する必要がある。例えば、目開き $150 \mu\text{m}$ の篩を通過した吸水性樹脂粒子ないし水性液吸収剤を分級操作によって除いた場合において、粒子径が $150 \mu\text{m}$ 以下の粒子を完全に除去することは困難であり、目的の粒子径を有する吸水性樹脂粒子ないし水性液吸収剤を得るために、適宜、使用する篩の種類を選択することが好ましい。

本発明で用いることができる吸水性樹脂粒子は、本発明の効果をより一層発揮するため、粒子径が $150 \sim 600 \mu\text{m}$ の粒子を $90 \sim 100$ 重量%含むことが好ましく、 $95 \sim 100$ 重量%含むことがより好ましい。また、粒子径が $150 \sim 500 \mu\text{m}$ の粒子を $90 \sim 100$ 重量%含むことがさらに好ましく、 $95 \sim 100$ 重量%含むことが特に好ましい。粒子径が $150 \mu\text{m}$ 未満の粒子が多いと、通液性が悪くなって本発明の効果が十分に発揮できないおそれがある。粒子径が $600 \mu\text{m}$ より大きい粒子が多いと、実使用の場面において例えば人体に触れた場合に不快感を与えるおそれがある。

【0029】

本発明において用いることができる吸水性樹脂粒子は、本発明の効果をより一層発揮するために、通液性向上のための処理を施されていることが好ましい。

通液性向上のための処理としては、特に限定されないが、通液性向上剤を添加することで行うことが好ましい。

本発明において、通液性向上のための処理は、後述の表面処理（架橋）の前、同時、後のいずれに行っても良いが、本発明の効果をより発揮するために、好ましくは、表面処理（架橋）の後であり、表面処理（架橋）とは別に行うことが好ましい。

通液性向上剤としては、例えば、硫酸アルミニウム、カリウム明礬、アンモニウム明礬、ナトリウム明礬、（ポリ）塩化アルミニウム、これらの水和物などの多価金属化合物；ポリエチレンイミン、ポリビニルアミン、ポリアリルアミンなどのポリカチオン化合物；シリカ、アルミナ、ベントナイトなどの無機微粒子；などが挙げられ、これらの1種のみ用いても良いし、2種以上を併用してもよい。これらの中でも、硫酸アルミニウム、カリウム明礬などの水溶性多価金属塩が、生理食塩水流れ誘導性（SFC）や湿潤下粒子間隙率（Wet Porosity）が向上する点で好ましい。

【0030】

通液性向上剤は、吸水性樹脂粒子に対して、0.001～10重量%の割合で用いることが好ましく、0.01～5重量%の割合で用いることがより好ましい。

通液性向上剤の添加方法は、特に限定されず、ドライブレンドでもよいし、水溶液として添加しても良いし、熱融着による方法でもよい。

より詳細には、ドライブレンドとは、固体で粉体状である多価金属化合物あるいは無機微粒子等の上記通液性向上剤を、乾燥粉碎後の吸水性樹脂粒子に均一に混合する方法であり、必要に応じて、混合後、水や多価アルコールの水溶液をさらに添加混合しても良いし、さらに加熱しても良い。水溶液添加とは、多価金属化合物やポリカチオン化合物等の水溶液を吸水性樹脂粒子に添加混合する方法であり、多価金属化合物やポリカチオン化合物の濃度が高いほうが好ましい。また、混合後、必要により加熱しても良い。熱融着とは、硫酸アルミニウム、カリウム明礬、アンモニウム明礬、ナトリウム明礬等の多価金属水和物と吸水性樹脂粒子を混合と同時にあるいは混合した後、加熱するまたはあらかじめ加熱した吸水性樹脂粒子に多価金属化合物を混合することで、多価金属水和物を溶融させ、吸水性樹脂粒子に接着させる方法であり、必要により加熱前に水を添加しても良い。

【0031】

本発明において用いることができる吸水性樹脂粒子は、本発明の効果をより一層発揮するために、その表面が架橋されたものが好ましい。

吸水性樹脂粒子の表面を架橋する工程は、前記通液性向上のための処理を施す工程の前、同時、および後から選ばれる少なくとも1つにおいて行うことが好ましい。

表面架橋処理に用いることの出来る表面架橋剤としては、吸水性樹脂粒子の有する官能基、特に、カルボキシル基と反応し得る官能基を2個以上有する有機表面架橋剤や多価金属化合物、ポリカチオンなどが挙げられる。例えば、エチレングリコール、ジエチレングリコール、プロピレングリコール、トリエチレングリコール、テトラエチレングリコール、ポリエチレングリコール、1,3-プロパンジオール、ジプロピレングリコール、2,2,4-トリメチル-1,3-ペンタンジオール、ポリプロピレングリコール、グリセリン、ポリグリセリン、2-ブテン-1,4-ジオール、1,3-ブタンジオール、1,4-ブタンジオール、1,5-ペンタンジオール、1,6-ヘキサンジオール、1,2-シクロヘキサジメタノール、1,2-シクロヘキサノール、トリメチロールプロパン、ジエタノールアミン、トリエタノールアミン、ポリオキシプロピレン、オキシエチレン-オキシプロピレンブロック共重合体、ペンタエリスリトール、ソルビトール等の多価アルコール化合物；エチレングリコールジグリシジルエーテル、ポリエチレングリコールジグリシジルエーテル、グリセロールポリグリシジルエーテル、ジグリセロールポリグリシジルエーテル、ポリグリセロールポリグリシジルエーテル、プロピレングリコールジグリシジルエーテル、ポリプロピレングリコールジグリシジルエーテル、グリシドール等のエポキシ化合物；エチレンジアミン、ジエチレントリアミン、トリエチレンテトラミン、テトラエチレンペンタミン、ペンタエチレンヘキサミン、ポリエチレンイミン等の多価アミン化合物や、それらの無機塩ないし有機塩（例えば、アゼチジニウム塩等）；2,4-トリレ

ンジイソシアネート、ヘキサメチレンジイソシアネート等の多価イソシアネート化合物；1，2-エチレンビスオキサゾリン等の多価オキサゾリン化合物；尿素、チオ尿素、グアニジン、ジシアンジアミド、2-オキサゾリジノン等の炭酸誘導体；1，3-ジオキソラン-2-オン、4-メチル-1，3-ジオキソラン-2-オン、4，5-ジメチル-1，3-ジオキソラン-2-オン、4，4-ジメチル-1，3-ジオキソラン-2-オン、4-エチル-1，3-ジオキソラン-2-オン、4-ヒドロキシメチル-1，3-ジオキソラン-2-オン、1，3-ジオキサ-2-オン、4-メチル-1，3-ジオキサ-2-オン、4，6-ジメチル-1，3-ジオキサ-2-オン、1，3-ジオキソパン-2-オン等のアルキレンカーボネート化合物；エピクロロヒドリン、エピブロムヒドリン、 α -メチルエピクロロヒドリン等のハロエポキシ化合物、および、その多価アミン付加物（例えばハーキュレス製カイメン：登録商標）； γ -グリシドキシプロピルトリメトキシシラン、 γ -アミノプロピルトリエトキシシラン等のシランカップリング剤；3-メチル-3-オキセタンメタノール、3-エチル-3-オキセタンメタノール、3-ブチル-3-オキセタンメタノール、3-メチル-3-オキセタンエタノール、3-エチル-3-オキセタンエタノール、3-ブチル-3-オキセタンエタノール、3-クロロメチル-3-メチルオキセタン、3-クロロメチル-3-エチルオキセタン、多価オキセタン化合物などのオキセタン化合物；亜鉛、カルシウム、マグネシウム、アルミニウム、鉄、ジルコニウム等の水酸化物又は塩化物等の多価金属化合物等が挙げられる。これら表面架橋剤は、1種のみ用いてもよいし、2種以上を併用してもよい。中でも多価アルコールは、安全性が高く、吸水性樹脂粒子表面の親水性を向上させることができる点で好ましい。また、多価アルコールを使用することで、吸水性樹脂粒子表面の多価金属粒子との馴染みが良くなり、多価アルコール残基と多価金属表面との相互作用により吸水性樹脂粒子表面に多価金属粒子をより均一に存在させることが可能となる。

【0032】

表面架橋剤の使用量は、吸水性樹脂粒子の固形分100重量部に対して0.001～5重量部が好ましい。

表面架橋剤と吸水性樹脂との混合の際には水を用いてもよい。水の使用量は、吸水性樹脂の固形分100重量部に対して、0.5を越え、10重量部以下が好ましく、1～5重量部の範囲内がより好ましい。

表面架橋剤やその水溶液を混合する際には、親水性有機溶媒や、第三物質を混合助剤として用いてもよい。

親水性有機溶媒を用いる場合には、例えば、メチルアルコール、エチルアルコール、*n*-プロピルアルコール、イソプロピルアルコール、*n*-ブチルアルコール、イソブチルアルコール、*t*-ブチルアルコール等の低級アルコール類；アセトン等のケトン類；ジオキサン、テトラヒドロフラン、メトキシ（ポリ）エチレングリコール等のエーテル類； ϵ -カプロラクタム、N，N-ジメチルホルムアミド等のアミド類；ジメチルスルホキシド等のスルホキシド類；エチレングリコール、ジエチレングリコール、プロピレングリコール、トリエチレングリコール、テトラエチレングリコール、ポリエチレングリコール、1，3-プロパンジオール、ジプロピレングリコール、2，2，4-トリメチル-1，3-ペンタンジオール、ポリプロピレングリコール、グリセリン、ポリグリセリン、2-ブテン-1，4-ジオール、1，3-ブタンジオール、1，4-ブタンジオール、1，5-ペンタンジオール、1，6-ヘキサジオール、1，2-シクロヘキサジメタノール、1，2-シクロヘキサノール、トリメチロールプロパン、ジエタノールアミン、トリエタノールアミン、ポリオキシプロピレン、オキシエチレン-オキシプロピレンブロック共重合体、ペンタエリスリトール、ソルビトール等の多価アルコール類等が挙げられる。なお、多価アルコール類は、温度や時間を適宜選択することによって架橋剤として用いても良いし、全く反応させず、溶媒として用いても良いし、これらを併用しても良い。

【0033】

親水性有機溶媒の使用量は、吸水性樹脂粒子の種類や粒径、含水率等にもよるが、吸水性樹脂粒子の固形分100重量部に対して、10重量部以下が好ましく、0.1～5重量

部の範囲内がより好ましい。また、第三物質として欧州特許第0668080号公報に示された無機酸、有機酸、ポリアミノ酸等を存在させてもよい。これらの混合助剤は表面架橋剤として作用しても良いが、表面架橋後に吸水性樹脂粒子の吸水性能を低下させないものが好ましい。特に沸点が150℃未満の揮発性アルコール類は表面架橋処理時に揮発してしまうので、残存物が残らず望ましい。

吸水性樹脂粒子と表面架橋剤とをより均一に混合するため、非架橋性の水溶性無機塩基類（好ましくは、アルカリ金属塩、アンモニウム塩、アルカリ金属水酸化物、および、アンモニアあるいはその水酸化物）や、非還元性アルカリ金属塩pH緩衝剤（好ましくは炭酸水素塩、リン酸二水素塩、リン酸水素塩等）を、吸水性樹脂粒子と表面架橋剤とを混合する際に共存させても良い。これらの使用量は、吸水性樹脂粒子の種類や粒径等にもよるが、吸水性樹脂の固形分100重量部に対して0～10重量部の範囲内が好ましく、0.05～5重量部の範囲内がより好ましい。

【0034】

吸水性樹脂粒子と表面架橋剤とを混合する混合方法は特に限定されないが、たとえば吸水性樹脂粒子を親水性有機溶剤に浸漬し、必要に応じて水および／または親水性有機溶媒に溶解させた表面架橋剤を混合する方法、吸水性樹脂粒子に直接、水および／または親水性有機溶媒に溶解させた表面架橋剤を噴霧若しくは滴下して混合する方法等が例示できる。また、表面架橋剤溶液を噴霧する場合、噴霧される液滴の大きさは、1～300μmであることが好ましく、2～200μmであることがより好ましい。

吸水性樹脂粒子と表面架橋剤とを混合した後、通常好ましくは加熱処理を行い、架橋反応を遂行させる。上記加熱処理温度は、用いる表面架橋剤にもよるが、40℃以上250℃以下が好ましく、150℃以上250℃以下がより好ましい。処理温度が40℃未満の場合には、加圧下の吸収倍率等の吸収特性が十分に改善されない場合がある。処理温度が250℃を越える場合には、吸水性樹脂粒子の劣化を引き起こし、性能が低下する場合があります。注意を要する。加熱処理時間は、好ましくは1分～2時間、より好ましくは5分～1時間である。

【0035】

本発明にかかる水性液吸収剤は、以上に説明した吸水性樹脂粒子を必須として含む。

本発明にかかる水性液吸収剤は、通液性向上のための処理を施されていない吸水性樹脂粒子を含む場合には、前述の含有割合でさらに通液性向上剤を含むことが好ましい。

本発明にかかる水性液吸収剤は、通液性向上のための処理を施された吸水性樹脂粒子を含む場合には、その吸水性樹脂粒子のみをもって本発明にかかる水性液吸収剤としてもよい。

本発明にかかる水性液吸収剤は、消臭剤、抗菌剤、還元剤、酸化剤、キレート剤などを、吸水性樹脂粒子に対して好ましくは0～10重量%の範囲で含んでいても良い。

【0036】

本発明にかかる水性液吸収剤は、吸収速度(FSR)が0.2g/g/s以上であり、より好ましくは0.3g/g/s以上、さらに好ましくは0.5g/g/s以上、特に好ましくは0.7g/g/s以上である。上限値は特に限定されないが、好ましくは10g/g/s以下、より好ましくは5g/g/s以下である。吸収速度(FSR)が0.2g/g/sよりも小さいと、例えば、おむつに用いた場合に、尿が十分に吸収されずに漏れてしまうおそれがある。

本発明にかかる水性液吸収剤は、吸水倍率(CRC)が5～25g/gであり、より好ましくは10～20g/gである。吸水倍率(CRC)が5g/gよりも小さいと、水性液吸収剤の使用量が多くなり、例えば、おむつが厚くなってしまふ。吸水倍率(CRC)が25g/gよりも大きいと、通液性に劣るおそれがある。

【0037】

本発明にかかる水性液吸収剤は、加圧下吸収倍率(AAP)が、好ましくは5～25g/gであり、より好ましくは11～22g/gである。加圧下吸収倍率(AAP)が5g/gよりも小さいと、水性液吸収剤の使用量が多くなり、例えば、おむつが厚くなってし

まう。加圧下吸収倍率 (AAP) が 25 g/g よりも大きいと、通液性が劣るおそれがある。

本発明にかかる水性液吸収剤は、加圧下吸収倍率 (AAP) を吸水倍率 (CRC) で割った値 (AAP/CRC) が $1.00 \sim 2.20$ であることが好ましく、より好ましくは $1.10 \sim 2.00$ 、さらに好ましくは $1.15 \sim 1.90$ である。加圧下吸収倍率 (AAP) を吸水倍率 (CRC) で割った値 (AAP/CRC) が 1.00 よりも小さいと、水性液吸収剤の使用量が多くなり、例えば、おむつが厚くなってしまう。加圧下吸収倍率 (AAP) を吸水倍率 (CRC) で割った値 (AAP/CRC) が 2.20 より大きいと、例えば、おむつの使用において、戻り量が多くなってしまうので好ましくない。従来の吸水性樹脂粒子は、 AAP/CRC が 1.00 未満であるが、本発明の水性液吸収剤は、上記の好ましい範囲であることも特徴とする。

【0038】

本発明にかかる水性液吸収剤は、可溶分量が、好ましくは $0 \sim 15$ 重量%であり、より好ましくは $0 \sim 10$ 重量%、さらに好ましくは $0 \sim 8$ 重量%である。可溶分量が 15 重量%よりも多いと、例えば、おむつなどの使用において、かぶれの原因になるおそれがある。

本発明にかかる水性液吸収剤は、生理食塩水流れ誘導性 (SFC) が $400 \times 10^{-7} \text{ cm}^3 \cdot \text{s/g}$ 以上であり、より好ましくは $500 \times 10^{-7} \text{ cm}^3 \cdot \text{s/g}$ 以上、さらに好ましくは $700 \times 10^{-7} \text{ cm}^3 \cdot \text{s/g}$ 以上、特に好ましくは $1000 \times 10^{-7} \text{ cm}^3 \cdot \text{s/g}$ 以上である。上限値は特に限定されないが、好ましくは $4000 \times 10^{-7} \text{ cm}^3 \cdot \text{s/g}$ 以下、より好ましくは $3000 \times 10^{-7} \text{ cm}^3 \cdot \text{s/g}$ 以下である。生理食塩水流れ誘導性 (SFC) が $400 \times 10^{-7} \text{ cm}^3 \cdot \text{s/g}$ よりも小さいと、例えば、尿が吸収体内で拡散されにくくなることでおむつに吸収されにくくなり、漏れを起こすおそれがある。

【0039】

本発明にかかる水性液吸収剤は、湿潤下粒子間空隙率 (Wet Porosity) が 20% 以上であり、より好ましくは 30% 以上であり、さらに好ましくは 35% 以上である。上限値は特に限定されないが、好ましくは 60% 以下、より好ましくは 50% 以下である。湿潤下粒子間空隙率 (Wet Porosity) が 20% よりも小さいと、例えば、おむつの使用において、比較的多い量の尿が排出された場合、戻り量が増えてしまうおそれがある。

本発明にかかる水性液吸収剤は、吸収速度 (FSR) が 0.2 g/g/s 以上、吸水倍率 (CRC) が $5 \sim 25 \text{ g/g}$ 、生理食塩水流れ誘導性 (SFC) が $400 \times 10^{-7} \text{ cm}^3 \cdot \text{s/g}$ 以上、湿潤下粒子間空隙率 (Wet Porosity) が 20% 以上であるという、4つの物性をバランス良く両立させているため、本発明の効果を十分に発揮できる。これらの物性の中のひとつでも欠けてしまうと、本発明の効果が十分に得られないおそれがある。

【0040】

本発明にかかる水性液吸収剤の形状は、前記物性を満たすものであれば特に問わないが、例えば、シート状、繊維状などが挙げられ、特に好ましくは粒子状である。

本発明で用いる水性液吸収剤が粒子状である場合、水性液吸収剤の粒径や粒径分布に特に制限は無いが、本発明の効果をより一層発揮するため、重量平均粒子径が、好ましくは $150 \sim 500 \mu\text{m}$ 、より好ましくは $200 \sim 400 \mu\text{m}$ 、さらに好ましくは $250 \sim 380 \mu\text{m}$ である。また、対数標準偏差 (σ) が、好ましくは $0.45 \sim 0.20$ 、より好ましくは $0.35 \sim 0.22$ 、さらに好ましくは $0.30 \sim 0.25$ である。

本発明にかかる水性液吸収剤は、粒子状の水性液吸収剤の場合、本発明の効果をより一層発揮するため、粒子径が $150 \sim 600 \mu\text{m}$ の粒子を $90 \sim 100$ 重量%以上含むことが好ましく、 $95 \sim 100$ 重量%以上含むことがより好ましい。また、粒子径が $150 \sim 500 \mu\text{m}$ の粒子を $90 \sim 100$ 重量%以上含むことがさらに好ましく、 $95 \sim 100$ 重量%以上含むことが特に好ましい。粒子径が $150 \mu\text{m}$ 未満の粒子が多いと、通液性が悪

くなって本発明の効果が十分に発揮できないおそれがある。粒子径が $600\mu\text{m}$ より大きい粒子が多いと、実使用の場面において例えば人体に触れた場合に不快感を与えるおそれがある。

【0041】

本発明にかかる水性液吸収剤は、吸収速度(FSR)、吸水倍率(CRC)、生理食塩水流れ誘導性(SFC)、湿潤下粒子間空隙率(Wet Porosity)という、4つの物性をバランス良く両立させている。このため、おむつなどの衛生材料、簡易トイレ用の吸水剤、廃液の固化剤、農業用保水剤などの用途に好適に用いられ、特におむつなどの衛生材料に好適である。

【実施例】

【0042】

以下に、実施例および比較例によって本発明をより具体的に説明するが、本発明はこれらに限定されるものではない。以下では、便宜上、「重量部」を単に「部」と、「リットル」を単に「L」と記すことがある。また、「重量%」を「wt%」と記すことがある。

実施例および比較例における、測定方法および評価方法を以下に示す。

また、特に記載がない限り、下記の測定や評価は、室温(25°C)、湿度 $50\text{RH}\%$ の条件下で行われたものとする。

なお、以下の測定対象は、水性液吸収剤として記載しているが、吸水性樹脂(粒子)や吸水性樹脂組成物などに適用してもよい。また、市販品の吸水性樹脂や、おむつから取り出した吸水性樹脂について測定する際は、適宜、減圧乾燥(例えば、 $60\sim 80^{\circ}\text{C}$ で16時間乾燥)し、固形分を $90\sim 100$ 重量%にした後に測定する。

【0043】

<吸水倍率(CRC)>

水性液吸収剤 0.200g を不織布製(南国パルプ工業(株)製、商品名:ヒートロンペーパー、型式:GSP-22)の袋($60\text{mm}\times 60\text{mm}$)に均一に入れ、 25°C に調温した生理食塩水(以下、全て生理食塩水とは、 0.9 重量%塩化ナトリウム水溶液を指す)中に浸漬した。30分後に袋を引き上げ、遠心分離機(株式会社コクサン社製、遠心機:型式H-122)を用いて 250cm/s^2 (250G)の遠心力で3分間水切りを行った後、袋の重量 $W1(\text{g})$ を測定した。また、同様の操作を水性液吸収剤を用いずに行い、その時の重量 $W0(\text{g})$ を測定した。そして、これら $W1$ 、 $W0$ から、下記の式に従ってCRC(g/g)を算出した。

【0044】

$$\text{CRC}(\text{g/g}) = [(W1(\text{g}) - W0(\text{g})) / \text{水性液吸収剤の重量}(\text{g})] - 1$$

<加圧下吸収倍率(AAP)>

加圧下吸収倍率(AAP)は、生理食塩水(0.9 重量%塩化ナトリウム水溶液)に対する 4.83kPa での60分の加圧下吸収倍率を表す。

図1に示す装置を用いて測定した。

内径 60mm のプラスチックの支持円筒100の底に、ステンレス製 400 メッシュの金網(目の大きさ $38\mu\text{m}$)101を融着させ、室温($23.0\pm 2.0^{\circ}\text{C}$)、湿度 $50\text{RH}\%$ の条件下で、金網上に水性液吸収剤(102) 0.90g を均一に散布し、その上に、水性液吸収剤に対して、 4.83kPa (0.7psi)の荷重を均一に加えることができるよう調整された、外径が 60mm よりわずかに小さく支持円筒の内壁面との間に隙間が生じず、かつ上下の動きが妨げられないピストン103と荷重104とをこの順に載置して、この測定装置一式の重量 $W_a(\text{g})$ を測定した。

【0045】

直径 150mm のペトリ皿105の内側に直径 90mm のガラスフィルター106(株式会社相互理化学硝子製作所社製、細孔直径: $100\sim 120\mu\text{m}$)を置き、生理食塩水(0.9 重量%塩化ナトリウム水溶液)108($20\sim 25^{\circ}\text{C}$)をガラスフィルターの上面と同じレベルになるように加えた。その上に、直径 90mm の濾紙(107)1枚(A DVANTEC東洋株式会社、品名:(JIS P 3801、No. 2)、厚さ 0.2

6 mm、保留粒子径 5 μ m) を載せ、表面が全て濡れるようにし、かつ過剰の液を除いた。

測定装置一式を前記湿った濾紙上に載せ、液を荷重下で所定時間吸収させた。この吸収時間は、測定開始から算出して、1 時間後とした。具体的には、1 時間後、測定装置一式を持ち上げ、その重量 W_b (g) を測定した。この重量測定はできるだけすばやく、かつ振動を与えないように行わなくてはならない。そして、 W_a 、 W_b から、次式によって加圧下吸収倍率 (AAP) (g/g) を算出した。

【0046】

$$AAP (g/g) = [W_b (g) - W_a (g)] / \text{水性液吸収剤の重量 (g)}$$

<吸収速度 (FSR)>

下記式 (a) により算出される水性液吸収剤を小数点以下 4 桁まで正確に秤量した (単位: g) (W_A)。秤量した水性液吸収剤を 25 ml ガラス製ビーカー (直径 32-34 mm、高さ 50 mm) に入れた。この際、ビーカーに入れた水性液吸収剤の上面が水平となるようにした。必要により、慎重にビーカーをたたくなどの処置を行うことで水性吸収剤表面を水平にしても良い。次に、 23.0 ± 2.0 °C に調温した生理食塩水 (0.9 重量% 塩化ナトリウム水溶液) 20 ml を 50 ml のガラス製ビーカーに量り取り、重さ (単位: g) を小数点以下 4 桁まで測定した (W_1)。量り取った生理食塩水を、水性液吸収剤の入った 25 ml ビーカーに丁寧に素早く注いだ。注ぎ込んだ生理食塩水が水性液吸収剤と接触したと同時に時間測定を開始した。そして、生理食塩水を注ぎ込んだビーカー中の生理食塩水液上面を約 20° の角度で目視した際、始め生理食塩水液表面であった上面が、水性液吸収剤が生理食塩水を吸収することにより、生理食塩水を吸収した水性液吸収剤表面に置き換わる時点で、時間測定を終了した (単位: 秒) (t_s)。次に、生理食塩水を注ぎ込んだ後の 50 ml ビーカーに付着残存した生理食塩水の重さ (単位: g) を小数点以下 4 桁まで測定した (W_2)。注ぎ込んだ生理食塩水の重さ (W_F 、単位: g) を下記式 (b) により求めた。

【0047】

吸水速度 (FSR) は、下記式 (c) によって計算した。

式 (a) :

$$W_A (g) = 20 (g) / (0.75 \times CRC (g/g))$$

式 (b) :

$$W_F (g) = W_1 (g) - W_2 (g)$$

式 (c) :

$$FSR (g/g/s) = W_F / (t_s \times W_A)$$

1 つのサンプルにつき、同様の測定を 3 回繰り返し行い、測定結果は、3 回の測定値の平均値とした。

【0048】

<生理食塩水流れ誘導性 (SFC)>

(SFC 測定装置)

この測定は、加圧下で生理食塩水を吸収し膨潤した水性液吸収剤に形成されたゲル層の生理食塩水流れ誘導性 (SFC) を測定する。

生理食塩水流れ誘導性 (SFC) の測定には、Darcy の法則および定常流法を使用する (例えば、“Absorbency”、P. K. Chatterjee 編集、Elsevier, 1985, 42-43 頁、および Chemical Engineering Vol. II, 第 3 版、J. M. Coulson および J. F. Richardson, Pergamon Press, 1978, 125-127 頁参照)。

【0049】

この測定に好適な装置を図 2 に示す。この装置は、ラボジャッキ (203) の上に置いた、約 5 L の容量を有する貯蔵タンク (202) を有する。貯蔵タンク (202) は、静水高さを一定に保つための機能を得るために備え付けられた、末端の開いたガラス管とゴム栓部 (200) を有する。貯蔵タンク (202) はゴム栓部 (201) を取り外すこと

により貯蔵タンク (202) に液の追加を行うことができる。貯蔵タンク (202) は、貯蔵タンク中に液面より下にある液出口を有し、バルブ (205) を備えたガラス管 (204) が接続されている。液の配送はバルブ (205) を開閉することにより、制御できる。ガラス管 (204) は、フレキシブルチューブ (210) に接続されている。フレキシブルチューブ (210) のもう一方の端は、全体として示した SFC 器具 (206) に液を配送できるよう設置されている。SFC 器具 (206) は目開き 1 mm のステンレス製ワイヤーメッシュを有する支持体 (209) の上に設置される。支持体 (209) の下には、液を捕集するための捕集タンク (207) が配置されている。捕集タンク (207) は天秤 (208) の上に配置されている。天秤 (208) は、捕集した液の質量を、一定時間毎に取り込めるよう、コンピューターに配線されている。

【0050】

なお、図 2 においては、図面の理解を容易にするために、右側の装置 (SFC 器具 206、捕集タンク 207、天秤 208、支持体 209 等) は、左側の装置の縮尺に比べて拡大して示してある。

図 3 に関して、SFC 器具は、基本的に、下部にステンレスワイヤーメッシュを備えたシリンダー (214) (LEXAN^R または同等品を加工することで得られる)、ピストン (212) (LEXAN^R または同等品を加工することで得られる)、液配送用チューブの挿入口を備えたカバー (213) (LEXAN^R または同等品を加工することで得られる)、および重り (211) からなる。ピストン (212) は、図 3 に示したように穴の開いたピストンヘッド (215) を備えている。ピストンヘッド (215) の穴は、図 4 に示すようにピストンヘッド (215) の上下方向に貫通した円筒状の構造となっている。ピストンヘッド (215) の下面には、400 メッシュ (目開き $38\mu\text{m}$) のワイヤーメッシュ (Weisse & Eschrich 社製、材質: SUS304、メッシュ幅: 0.038 mm、ワイヤー径: 0.025 mm) (216) が接着されている。ピストンヘッド (215) は、シリンダー (214) の内径より僅かに小さい直径を有し、シリンダー (214) の内側を上下の動きが妨げられること無く滑り移動できる大きさを有する。ピストン (212) のシャフトの上部は重りを設置できるように加工されている。シリンダー (214) は、内径 6.00 cm (底面積: 28.27cm^2)、壁面の厚み 0.5 cm、および高さ 6.0 cm を有する。シリンダー (214) の底面には、400 メッシュ (目開き $38\mu\text{m}$) のワイヤーメッシュ (Weisse & Eschrich 社製、材質: SUS304、メッシュ幅: 0.038 mm、ワイヤー径: 0.025 mm) (216) が接着されている。カバー (213) は、ピストン (212) のシャフトの外形より僅かに大きい穴を有し、ピストン (212) のシャフトの上下の動きが妨げられること無く滑り移動できる大きさを有する。また、カバー (213) は、液配送用チューブの挿入口を備えている。重り (211) とピストン (212) の重さを合計した重量は、シリンダーの底面に対して 2.07 kPa (0.3 psi) となるよう調整されている。

【0051】

(SFC 測定方法)

まず、水性液吸収剤を入れる前、すなわち、空状態のシリンダー (214)、ピストン (212)、カバー (213)、および重り (211) からなる SFC 器具の高さ (h_0 : 単位 mm、有効数字 4 桁)、重さ (W_0 : 単位 g、有効数字 4 桁) を測定した。次に、 $3.00 \pm 0.05\text{ g}$ の水性液吸収剤を秤量した (W : 単位 g、有効数字 4 桁)。秤量する水性液吸収剤の量は、後に示す d_{final} が 10 mm から 20 mm の範囲になるように調整されることが好ましく、例えば、吸水倍率 (CRC) は 5 から 15 g/g の範囲の場合は $3.00 \pm 0.05\text{ g}$ 、吸水倍率 (CRC) は 16 から 20 g/g の範囲の場合は $2.00 \pm 0.03\text{ g}$ 、21 から 28 g/g の範囲の場合は $1.60 \pm 0.03\text{ g}$ 、28 g/g より大きい場合は $0.90 \pm 0.01\text{ g}$ の量である。秤量した水性液吸収剤をシリンダー (214) の下面全体に、丁寧に均一に分散し入れた。水性液吸収剤を入れた後、ピストン (212)、カバー (213) と重り (211) を設置し、SFC 器具の高さ

(h_1 : 単位mm) を測定する。次に、少なくとも、直径16cm以上、高さ4cm以上のペトリ皿に生理食塩水(0.9重量%塩化ナトリウム水溶液)をSFC器具が下部から、少なくとも3cm以上浸漬するよう加えた。ペトリ皿の内側底面に、直径90mmの濾紙(ADVANTEC社製濾紙: No. 2)を敷いた。ろ紙の上に水性液吸収剤の入ったSFC器具を載せ、60分間水性液吸収剤を膨潤させた。60分後、ペトリ皿からSFC器具を取り出し、水性液吸収剤が膨潤した後のSFC器具の高さ(h_2 : 単位mm、有効数字4桁)、重さ(W_2 : 単位g、有効数字4桁)を測定した。その後、SFC器具をSFC測定装置の支持体(209)の上へ移動設置し、フレキシブルチューブ(210)を挿入口に設置した。次に、バルブ(205)を開くことにより、液の配送を開始した。液配送開始後、天秤に表示されるゲル層を通り抜け捕集される液量が約200gとなるまでの間に、シリンダー中の静水高さが5cmを保つよう調整した。この調整は、ラボジャッキ(203)の高さを調整することで行っても良いし、貯蔵タンク(202)の上部から挿入されているガラス管の下部の高さを調整することで行っても良い。シリンダー内の静水高さが5cmを保つよう調整された時点で、天秤と接続したコンピューターによりゲル層を通過捕集された液重さデータの取り込みを開始した。データの取り込みは5sec間隔で、180secまで行った。但し、データ取り込み開始後、捕集した液量が、180secまでの間に2kg以上となった場合は、この時点(例えば120sec)でデータの取り込みを終了した。データ取り込み終了後、速やかにバルブ(205)を閉じた。バルブ(205)を閉じた後、SFC器具のシリンダー(214)の下部から流れ落ちる液がおおよそ無くなった時点(シリンダー(214)内の静水面の高さが、ゲル層の高さと一致する時点)でSFC器具の高さ(h_3 : 単位mm、有効数字4桁)を測定した。その後、SFC器具をシリンダーと同じ内径を有する円筒器具の上へ移動し、30分間水切り(drip-off)した。この操作は、SFC器具を円筒器具の上に置くことで、シリンダー内の水性液吸収剤が配置されているワイヤーメッシュの直下面が何にも接触しない状態で、水切りが好適に行われるようにすることである。30分間水切りを行った後、SFC器具の高さ(h_4 : 単位mm、有効数字4桁)、重さ(W_4 : 単位g、有効数字4桁)を測定した。

【0052】

(SFCの計算)

コンピューターに取り込まれた時間 t (sec)をX軸、捕集された液の重さ(g)をY軸として、グラフにプロットした。このプロットを最小二乗法により直線近似し、この直線の傾き(rate: 単位g/s)を求めた。

SFCは次の式により求めた。

$$\text{SFC} (\times 10^{-7} \text{ cm}^3 \cdot \text{s} / \text{g}) \\ = (\text{d final} \times \text{rate}) / (\text{Area} \times \text{Density} \times \text{Pressure}) \times 10000000$$

ここで、

$$\text{Area} (\text{cm}^2) = 28.27$$

$$\text{Density} (\text{g} / \text{cm}^3) = 1.005 \quad (20^\circ\text{C} \text{における} 0.9 \text{重量\%生理食塩水の密度を用いる})$$

$$\text{d final} (\text{cm}) = \{ (h_2 - h_0) + (h_3 - h_0) \} / 2 / 10$$

である。

【0053】

<湿潤下粒子間間隙率(Wet Porosity)>

湿潤下粒子間間隙率(Wet Porosity)は、生理食塩水流れ誘導性(SFC)の測定に引き続いて行われる。

水平な実験台上に、5枚重ねたフィルターペーパー(10cm×10cm、Ahlsstrom社製、Grade: 989)を設置した。5枚重ねたフィルターペーパー上に、30分間水切り(drip-off)したSFC器具を10分間置いた。10分後、別に、準備した前記と同様の新しい5枚重ねたフィルターペーパー上にSFC器具を移動した。

16±2 hr 後、SFC 器具の高さ (h_5 : 単位 mm)、重さ (W_5 : 単位 g) を測定した。尚、前記フィルターペーパーの仕様は EDANA strike through test に記載されている。

【0054】

湿潤下粒子間空隙率 (Wet Porosity) は下記式によって算出した。

$$\text{Wet Porosity (単位: \%)} \\ = [(W_3 - W_4 - 0.7) / \{h_4 - h_0\} \times 28.27] \times 100$$

<粒子径>

粉碎後の吸水性樹脂粒子または水性液吸収剤を目開き 850 μm 、710 μm 、600 μm 、500 μm 、425 μm 、300 μm 、212 μm 、150 μm 、45 μm の JIS 標準ふるいで篩い分けし、残留百分率 R を対数確率紙にプロットした。これにより、重量平均粒子径 (D_{50}) を読み取った。

【0055】

<粒度分布の対数標準偏差 (σ_ξ)>

吸水性樹脂粒子または水性液吸収剤を目開き 850 μm 、710 μm 、600 μm 、500 μm 、425 μm 、300 μm 、212 μm 、150 μm 、45 μm の JIS 標準ふるいで篩い分けし、残留百分率 R を対数確率紙にプロットした。そこで、X1 を R=84.1 重量%、X2 を 15.9 重量% の時のそれぞれの粒径とすると、対数標準偏差 (σ_ξ) は下記の式で表され、 σ_ξ の値が小さいほど粒度分布が狭いことを意味する。

$$\sigma_\xi = 0.5 \times \ln (X2 / X1)$$

粒子径、粒度分布における対数標準偏差 (σ_ξ) を測定する際の分級方法は、吸水性樹脂粒子または水性液吸収剤 10.0 g を、目開き 850 μm 、710 μm 、600 μm 、500 μm 、425 μm 、300 μm 、212 μm 、150 μm 、45 μm の JIS 標準ふるい (THE IIDA TESTING SIEVE: 径 8 cm) に仕込み、振動分級器 (IIDA SIEVE SHAKER、TYPE: ES-65 型、SER. No. 0501) により、5 分間、分級を行った。

【0056】

<嵩比重>

吸水性樹脂粒子ないし水性液吸収剤の嵩比重は、edana 460.1-99 記載の方法で測定した。

<可溶分量>

250 ml 容量の蓋付きプラスチック容器に、生理食塩水 (0.9 重量% 塩化ナトリウム水溶液) の 184.3 g を測り取り、その水溶液中に吸水性樹脂ないし水性液吸収剤 1.00 g を加え、16 時間攪拌することにより、樹脂中の可溶分を抽出した。この抽出液を濾紙 1 枚 (ADVANTEC 東洋株式会社、品名: (JIS P 3801 No. 2)、厚さ 0.26 mm、保留粒子径 5 μm) を用いて濾過することにより得られた濾液の 50.0 g を、測り取り測定溶液とした。

【0057】

はじめに生理食塩水だけを、まず、0.1 N の NaOH 水溶液で pH 10 まで滴定を行い、その後、0.1 N の HCl 水溶液で pH 2.7 まで滴定して、空滴定量 ([b NaOH] ml、[b HCl] ml) を得た。

同様の滴定操作を測定溶液についても行うことにより滴定量 ([NaOH] ml、[HCl] ml) を求めた。

例えば、既知量のアクリル酸とそのナトリウム塩からなる吸水性樹脂の場合、そのモノマーの平均分子量と上記操作により得られた滴定量をもとに、吸水性樹脂中の可溶分量を下記式によって算出した。未知量の場合には、滴定により求めた中和率を用いてモノマーの平均分子量を算出した。

【0058】

$$\text{可溶分量 (重量\%)} = 0.1 \times (\text{平均分子量}) \times 184.3 \times 100 \times ([\text{HCl}] - [\text{b HCl}]) / 1000 / 1.0 / 50.0$$

中和率(モル%) = $[1 - ([NaOH] - [bNaOH]) / ([HCl] - [bHCl])] \times 100$

〔実施例1〕

(操作1-1)

断熱材である発泡スチロールで覆われた、内径80mm、容量1リットルのポリプロピレン製容器に、アクリル酸190.18g、ポリエチレングリコールジアクリレート(分子量523)6.9g(0.5モル%)、および1.0重量%ジエチレントリアミン5酢酸・5ナトリウム水溶液1.13gを混合した溶液(A)と、48.5重量%水酸化ナトリウム水溶液130.60gと50℃に調温したイオン交換水166.80gを混合した溶液(B)を作成した。マグネチックスターラーで攪拌した溶液(A)に、溶液(B)をすばやく加え混合することで単量体水溶液(C)を得た。単量体水溶液(C)は、中和熱と溶解熱により、液温が約100℃まで上昇した。

【0059】

次に、この単量体水溶液(C)に3重量%の過硫酸ナトリウム水溶液4.4gを加え、数秒間攪拌した後すぐに、ホットプレート(NEO HOTPLATE H1-1000、(株)井内盛栄堂製)により表面温度を100℃まで加熱された、内面にテフロン(登録商標)を貼り付けた底面250×250mmのステンレス製バット型容器中に開放系で注いだ。ステンレス製バット型容器は、そのサイズが底面250×250mm、上面640×640mm、高さ50mmであり、中心断面が台形で、上面が開放されている。

単量体水溶液がバットに注がれて間もなく重合は開始した。水蒸気を発生し上下左右に膨張発泡しながら重合は進行し、その後、底面よりもやや大きなサイズにまで収縮した。この膨張収縮は約1分以内に終了し、4分間重合容器中に保持した後、含水重合体(含水ゲル)を取り出した。なお、これら一連の操作は大気中に開放された系で行った。

【0060】

(操作1-2)

得られた含水重合体(含水ゲル)を幅3cmの短冊状に切った後、球面状ダイを有する前押し出し式スクリュウ型押し出し造粒機(ドームグラン、不二パウダル株式会社製、MODEL:DG-L1、ダイ孔径=1.2mm、ダイ厚み1.2mm、押し出し作用部とダイの隙間=1mm)により粉碎および造粒し、細分化された含水重合体(粉碎ゲル粒子)を得た。押し出し造粒機で粉碎および造粒する際、含水重合体を300g/分で供給し、同時に純水を90g/分で添加しながら粉碎および造粒を行った。なお、スクリュウの回転数は50rpmで行った。

【0061】

(操作1-3)

この細分化された粉碎ゲル粒子を50メッシュ(目開き300μm)の金網上に広げ、180℃で40min間熱風乾燥を行い、乾燥物をロールミルを用いて粉碎し、さらに目開き600μmと目開き150μmのJIS標準篩で分級することにより、重量平均粒子径324μm、対数標準偏差(σ_g)0.32の不定形破碎状の吸水性樹脂(固形分96重量%)を得た。

(操作1-4)

得られた吸水性樹脂100重量部に1,4-ブタンジオール0.3重量部、プロピレングリコール0.6重量部、純水3.0重量部、イソプロピルアルコール1.0重量部の混合液からなる表面処理剤溶液を均一に混合した。表面架橋剤溶液を混合した吸水性樹脂をステンレス製の容器(幅約22cm、奥行き約28cm、高さ約5cm)に均一に広げ、200℃に調温した熱風乾燥器(ETAC社、MODEL:HISPEC HT320)で30分間加熱処理した。加熱処理後、得られた吸水性樹脂を目開き600μmのJIS標準篩を通過するまで解砕することで、表面が架橋された吸水性樹脂を得た。

【0062】

(操作1-5)

得られた表面が架橋された吸水性樹脂100重量部に硫酸アルミニウム水和物(13～

14 水和物、住友化学工業株式会社より入手) 1 重量部を均一に混合し、水性液吸収剤 (1) を得た。水性液吸収剤 (1) の諸物性を表 1 に示す。

〔実施例 2〕

実施例 1 (操作 1-2) のドームグランのダイ孔径を 1.5 mm に変更した以外は、実施例 1 と同様の操作を行い、水性液吸収剤 (2) を得た。水性液吸収剤 (2) の諸物性を表 1 に示す。

【0063】

〔実施例 3〕

実施例 1 (操作 1-1) のポリエチレングリコールジアクリレートの量を 13.8 g (1.0 モル%) に変更し、実施例 1 (操作 1-2) のドームグランのダイ孔径を 1.5 mm に変更し、純水の添加速度を 85 g/分に変更した以外は、実施例 1 と同様の操作を行い、水性液吸収剤 (3) を得た。水性液吸収剤 (3) の諸物性を表 1 に示す。

〔実施例 4〕

実施例 1 (操作 1-2) のドームグランのダイ孔径を 1.5 mm に変更し、純水の添加速度を 54 g/分に変更した以外は実施例 1 と同様の操作を行い、水性液吸収剤 (4) を得た。水性液吸収剤 (4) の諸物性を表 1 に示す。

【0064】

〔実施例 5〕

実施例 1 (操作 1-2) のドームグランを、スクリュウ式押し出し機 (平賀工作所製、チョッパー、MODEL: TB-32 型、多孔板の孔径 3.1 mm、多孔板の厚み 4.0 mm、スクリュウ回転数: 26 rpm) に変更し、含水ゲルを 1300 g/min で供給すると同時に水を 300 g/min で供給することで含水ゲルを粉碎および造粒した。実施例 1 (操作 1-5) の硫酸アルミニウム水和物 1 重量部を、48 重量%硫酸アルミニウム水溶液 2.1 重量部に変更した以外は実施例 1 と同様の操作を行い、水性液吸収剤 (5) を得た。水性液吸収剤 (5) の諸物性を表 1 に示す。

【0065】

〔実施例 6〕

実施例 1 (操作 1-1) の 3 重量%の過硫酸ナトリウム水溶液 4.4 g を、2 重量%の V-50 (2, 2'-アゾビス (2-アミジノプロパン) 二塩酸塩) 水溶液 7.5 g に変更した以外は実施例 1 と同様の操作を行い、水性液吸収剤 (6) を得た。水性液吸収剤 (6) の諸物性を表 1 に示す。

〔実施例 7〕

(操作 7-1)

シグマ型羽根を 2 本有する内容積 10 リットルのジャケット付きステンレス型双腕型ニーダーに蓋を付けて形成した反応器中で、60 モル%の中和率を有するアクリル酸ナトリウムの水溶液 5378.9 g (単量体濃度 39.9 重量%) にポリエチレングリコールジアクリレート 65.79 g (0.5 モル%) を溶解させて反応液とした。次にこの反応液を窒素ガス雰囲気下で、20 分間脱気した。続いて、反応液に 10 重量%過硫酸ナトリウム水溶液 30.19 g および 0.1 重量% L-アスコルビン酸水溶液 25.16 g を攪拌しながら添加したところ、およそ 1 分後に重合が開始した。そして、生成したゲルを粉碎しながら、20~95℃で重合を行い、重合が開始して 30 分後に含水重合体 (含水ゲル) を取り出した。得られた含水重合体 (含水ゲル) は、その径が約 5 mm 以下に細分化されていた。

【0066】

(操作 7-2)

得られた含水重合体 (含水ゲル) を、球面状ダイを有する前押し出し式スクリュウ型押し出し造粒機 (ドームグラン、不二パウダル株式会社製、MODEL: DG-L1、ダイ孔径 = 3.4 mm および 2.0 mm、孔数比 3.4 mm/2.0 mm = 1:2、ダイ厚み 1.2 mm、押し出し作用部とダイの隙間 = 1 mm、スクリュウ回転数: 50 rpm) により粉碎および造粒し、細分化された含水重合体 (粉碎ゲル粒子) を得た。なお、含水重

合体は300 g/分で供給した。

(操作7-3)

実施例1 (操作1-3) と同様の操作を行った。得られた吸水性樹脂の固形分は95重量%であった。

【0067】

(操作7-4)

前記(操作7-3)で得られた吸水性樹脂500重量部をレディゲミキサー(レディゲ社製、タイプ:M5R)に入れ、1,4-ブタンジオール1.5重量部、プロピレングリコール3.0重量部、純水15.0重量部、イソプロピルアルコール5.0重量部の混合液からなる表面処理剤溶液を攪拌下、均一にスプレー混合した。表面架橋剤溶液を混合した吸水性樹脂を、攪拌機を備えたステンレス製の反応容器(直径約30cm、高さ約20cm)に入れた。反応容器を200℃に調温したオイルバスに浸漬し、攪拌下30分間加熱処理した。加熱処理後、得られた吸水性樹脂を目開き600 μ mのJIS標準篩を通過するまで解砕することで、表面が架橋された吸水性樹脂を得た。

【0068】

(操作7-5)

得られた表面が架橋された吸水性樹脂100重量部を150℃に加熱し、攪拌下にカリウムミョウバン(硫酸カリウムアルミニウム12水和物)1.6重量部を均一に5分間混合し、水性液吸収剤(7)を得た。水性液吸収剤(7)の諸物性を表1に示す。

〔実施例8〕

実施例7(操作7-1)のポリエチレングリコールジアクリレート65.79g(0.5モル%)を92.11g(0.7モル%)に変更し、実施例7(操作7-2)のドームグランのダイ孔径を1.5mmに変更した以外は実施例7と同様の操作を行い、水性液吸収剤(8)を得た。水性液吸収剤(8)の諸物性を表1に示す。

【0069】

〔実施例9〕

実施例7(操作7-1)のポリエチレングリコールジアクリレート65.79g(0.5モル%)を92.11g(0.7モル%)に変更した以外は実施例7と同様の操作を行い、水性液吸収剤(9)を得た。水性液吸収剤(9)の諸物性を表1に示す。得られた水性液吸収剤(9)の可溶分量は4.2重量%であり、嵩比重は0.55g/mlであった。

〔実施例10〕

実施例7(操作7-1)のポリエチレングリコールジアクリレート65.79g(0.5モル%)を92.11g(0.7モル%)に変更し、実施例7(操作7-2)のドームグランを、スクリュウ式押し出し機(平賀工作所製、チョッパー、MODEL:TB-32、多孔板の孔径4.5mm、多孔板の厚み5.0mm、スクリュウ回転数:26rpm)に変更し、含水重合体を1300g/分で供給した以外は実施例7と同様の操作を行った。ただし、実施例7(操作7-4)と同様の操作で得られた表面が架橋された吸水性樹脂を水性液吸収剤(10)とし、実施例7(操作7-5)を行わなかった。水性液吸収剤(10)の諸物性を表1に示す。

【0070】

〔実施例11〕

実施例10で得られた水性液吸収剤(10)に対して、実施例7(操作7-5)と同様の操作を行い、水性液吸収剤(11)を得た。水性液吸収剤(11)の諸物性を表1に示す。得られた水性液吸収剤(11)の可溶分量は5.7重量%であり、嵩比重は0.58g/mlであった。

〔実施例12〕

実施例7(操作7-1)のポリエチレングリコールジアクリレート65.79g(0.5モル%)を92.11g(0.7モル%)に変更し、実施例7(操作7-2)のドームグランを、スクリュウ式押し出し機(平賀工作所製、チョッパー、MODEL:TB-3

2 型、多孔板の孔径 4.5 mm、多孔板の厚み 5.0 mm、スクリー回転数：32.5 rpm) に変更し、含水ゲルの供給速度を 1300 g/min とした。また、実施例 7 (操作 7-4) を以下に示す (操作 12-4) に変更し、実施例 7 (操作 7-5) を行わなかった以外は実施例 7 と同様の操作を行った。ただし、(操作 12-4) で得られた表面が架橋された吸水性樹脂を水性液吸収剤 (12) とした。水性液吸収剤 (12) の諸物性を表 1 に示す。

【0071】

(操作 12-4)

得られた吸水性樹脂 500 重量部に 1, 4-ブタンジオール 1.5 重量部、プロピレングリコール 3.0 重量部、純水 15.0 重量部の混合液からなる表面処理剤溶液を均一に混合した後、混合物を 200℃で 30 分間加熱処理した。さらに、その粒子を目開き 600 μm の JIS 標準篩を通過するまで解砕し、表面が架橋された吸水性樹脂を得た。得られた、表面が架橋された吸水性樹脂を水性液吸収剤 (12) とした。

〔実施例 13〕

実施例 12 において、(操作 12-4) の表面処理剤溶液を 1, 4-ブタンジオール 2.3 重量部、プロピレングリコール 4.5 重量部、純水 22.5 重量部の混合液からなる表面処理剤溶液に変更して操作を行い、得られた表面が架橋された吸水性樹脂に対して、実施例 7 (操作 7-5) と同様の操作を行い、水性液吸収剤 (13) を得た。水性液吸収剤 (13) の諸物性を表 1 に示す。得られた水性液吸収剤 (13) の可溶分量は 0.3 重量% であり、嵩比重は 0.54 g/ml であった。

【0072】

〔実施例 14〕

実施例 7 (操作 7-1) のポリエチレングリコールジアクリレート 65.79 g (0.5 モル%) を 92.11 g (0.7 モル%) に変更し、実施例 7 (操作 7-2) のドームグランを、スクリーウ式押し出し機 (平賀工作所製、チョッパー、MODEL: TB-32 型、多孔板の孔径 2.4 mm、多孔板の厚み 5.0 mm、スクリー回転数：32.5 rpm) に変更し、含水ゲルの供給速度を 1300 g/min と変更した以外は実施例 7 と同様の操作を行い、水性液吸収剤 (14) を得た。水性液吸収剤 (14) の諸物性を表 1 に示す。

【0073】

〔実施例 15〕

実施例 7 (操作 7-1) のポリエチレングリコールジアクリレート 65.79 g (0.5 モル%) を、ポリエチレングリコールジアクリレート 46.06 g (0.35 モル%) およびグリセリン 8.11 g (0.35 モル%) に変更し、実施例 7 (操作 7-2) のドームグランを、スクリーウ式押し出し機 (平賀工作所製、チョッパー、MODEL: TB-32 型、多孔板の孔径 4.5 mm、多孔板の厚み 5.0 mm、スクリー回転数：32.5 rpm) に変更し、含水ゲルの供給速度を 1300 g/min と変更した以外は実施例 7 と同様の操作を行った。ただし、実施例 7 (操作 7-4) と同様の操作で得られた、表面が架橋された吸水性樹脂を水性液吸収剤 (15) とし、実施例 7 (操作 7-5) を行わなかった。水性液吸収剤 (15) の諸物性を表 2 に示す。

【0074】

〔実施例 16〕

実施例 15 で得られた水性液吸収剤 (15) に対して、実施例 7 (操作 7-5) と同様の操作を行い、水性液吸収剤 (16) を得た。水性液吸収剤 (16) の諸物性を表 2 に示す。

〔実施例 17〕

実施例 7 において、(操作 7-2) を省き、実施例 7 (操作 7-5) を以下に示す (操作 17-5) に置き換えた以外は実施例 7 と同様の操作を行い、水性液吸収剤 (17) を得た。水性液吸収剤 (17) の諸物性を表 2 に示す。

【0075】

(操作 17-5)

得られた表面が架橋された吸水性樹脂 100 重量部に、カリウムミョウバン (硫酸カリウムアルミニウム 12 水和物) 1.6 重量部を均一に混合した。

〔実施例 18〕

実施例 7 (操作 7-2) のドームグランを、スクリュウ式押し出し機 (平賀工作所製、チョッパー、MODEL: TB-32 型、多孔板の孔径 9.5 mm、多孔板の厚み 5.0 mm、スクリュウ回転数: 32.5 rpm) に変更し、含水ゲルの供給速度を 1300 g/min とした。また、実施例 7 (操作 7-5) を前記 (操作 17-5) に置き換えた以外は実施例 7 と同様の操作を行い、水性液吸収剤 (18) を得た。水性液吸収剤 (18) の諸物性を表 2 に示す。

【0076】

〔実施例 19〕

実施例 1 (操作 1-1) の 3 重量%の過硫酸ナトリウム水溶液 4.4 g を、15 重量%の V-50 (2, 2'-アゾビス (2-アミジノプロパン) 二塩酸塩) 水溶液 9.8 g に変更し、実施例 1 (操作 1-2) を変更し、はさみで含水重合体を縦 3 cm、横 1 cm の大きさに切った。また、実施例 1 (操作 1-5) を前記 (操作 17-5) に置き換えた。その他の操作は実施例 1 と同様にを行い、水性液吸収剤 (19) を得た。水性液吸収剤 (19) の諸物性を表 2 に示す。

〔実施例 20〕

実施例 7 (操作 7-1) のポリエチレングリコールジアクリレート 65.79 g (0.5 モル%) を、ポリエチレングリコールジアクリレート 13.16 g (0.10 モル%) およびグリセリン 13.90 g (0.60 モル%) に変更し、実施例 7 (操作 7-2) のドームグランを、スクリュウ式押し出し機 (平賀工作所製、チョッパー、MODEL: TB-32 型、多孔板の孔径 4.5 mm、多孔板の厚み 5.0 mm、スクリュウ回転数: 32.5 rpm) に変更し、含水ゲルの供給速度を 1300 g/min に変更した。また、(操作 7-4) を (操作 12-4) に変更した以外は実施例 7 と同様の操作を行い、水性液吸収剤 (20) を得た。水性液吸収剤 (20) の諸物性を表 2 に示す。

【0077】

〔実施例 21〕

実施例 7 (操作 7-1) のポリエチレングリコールジアクリレート 65.79 g (0.5 モル%) を、ポリエチレングリコールジアクリレート 131.59 g (1.0 モル%) に変更し、実施例 7 (操作 7-2) のドームグランを、スクリュウ式押し出し機 (平賀工作所製、チョッパー、MODEL: TB-32 型、多孔板の孔径 4.5 mm、多孔板の厚み 5.0 mm、スクリュウ回転数: 15 rpm) に変更し、含水ゲルの供給速度を 600 g/min に変更した以外は実施例 7 と同様の操作を行い、水性液吸収剤 (21) を得た。水性液吸収剤 (21) の諸物性を表 2 に示す。

【0078】

〔実施例 22〕

実施例 7 (操作 7-1) のポリエチレングリコールジアクリレート 65.79 g (0.5 モル%) を、ポリエチレングリコールジアクリレート 6.58 g (0.05 モル%) および 2-ヒドロキシエチルアクリレート 20.43 (0.7 モル%) に変更し、実施例 7 (操作 7-2) のドームグランを、スクリュウ式押し出し機 (平賀工作所製、チョッパー、MODEL: TB-32 型、多孔板の孔径 4.5 mm、多孔板の厚み 5.0 mm、スクリュウ回転数: 32.5 rpm) に変更し、含水ゲルの供給速度を 1300 g/min に変更した以外は実施例 7 と同様の操作を行い、水性液吸収剤 (22) を得た。水性液吸収剤 (22) の諸物性を表 2 に示す。

【0079】

〔比較例 1〕

(操作 c1-1)

断熱材である発泡スチロールで覆われた、内径 80 mm、容量 1 リットルのポリプロピ

レン製容器に、アクリル酸 185.40 g、ポリエチレングリコールジアクリレート（分子量 523）1.35 g（0.1 モル%）、および 1.0 重量% ジエチレントリアミン 5 酢酸・5 ナトリウム水溶液 1.13 g を混合した溶液（A）と、48.5 重量% 水酸化ナトリウム水溶液 148.53 g と 50℃ に調温したイオン交換水 159.31 g を混合した溶液（B）を、マグネチックスターラーで攪拌しながら（A）に（B）を開放系ですばやく加え混合した。中和熱と溶解熱で液温が約 100℃ まで上昇した単量体水溶液が得られた。

【0080】

さらに、この単量体水溶液に 3 重量% の過硫酸ナトリウム水溶液 4.29 g を加え、数秒攪拌した後すぐに、ホットプレート（NEO HOTPLATE H1-1000、（株）井内盛栄堂製）により表面温度を 100℃ まで加熱された、内面にテフロン（登録商標）を貼り付けた底面 250×250 mm のステンレス製バット型容器中に開放系で注いだ。ステンレス製バット型容器は、そのサイズが底面 250×250 mm、上面 640×640 mm、高さ 50 mm であり、中心断面が台形で、上面が開放されている。

単量体水溶液がバットに注がれて間もなく重合は開始した。水蒸気を発生し上下左右に膨張発泡しながら重合は進行し、その後、底面よりもやや大きなサイズにまで収縮した。この膨張収縮は約 1 分以内に終了し、4 分間重合容器中に保持した後、含水重合体（含水ゲル）を取り出した。

【0081】

（操作 c 1-2）

得られた含水重合体（含水ゲル）を幅 3 cm の短冊状に切った後、スクリュウ式押し出し機（平賀工作所製、チョッパー、MODEL: TB-32 型、多孔板の孔径 9.5 mm、多孔板の厚み 5.0 mm、スクリュウ回転数: 32.5 rpm）により粉碎し、細分化された含水重合体（粉碎ゲル粒子）を得た。押し出し造粒機で粉碎および造粒する際、純水を 300 g/分 で添加しながら粉碎および造粒を行った。なお、含水ゲルの供給速度は 1300 g/min とした。

（操作 c 1-3）

この細分化された粉碎ゲル粒子を 50 メッシュの金網上に広げ、180℃ で 40 min 間熱風乾燥を行い、乾燥物をロールミルを用いて粉碎し、さらに目開き 600 μm の JIS 標準篩で分級することにより、重量平均粒子径 330 μm、対数標準偏差（σ_g）0.35 の不定形破碎状の吸水性樹脂を得た。

【0082】

（操作 c 1-4）

得られた吸水性樹脂 100 重量部に 1, 4-ブタンジオール 0.3 重量部、プロピレングリコール 0.6 重量部、純水 3.0 重量部、イソプロピルアルコール 1.0 重量部の混合液からなる表面処理剤溶液を均一に混合した。表面架橋剤溶液を混合した吸水性樹脂をステンレス製の容器（幅約 22 cm、奥行き約 28 cm、高さ約 5 cm）に均一に広げ、200℃ に調温した熱風乾燥器（ETAC 社、MODEL: HISPEC HT320）で 30 分間加熱処理した。加熱処理後、得られた吸水性樹脂を目開き 600 μm の JIS 標準篩を通過するまで解砕することで、表面が架橋された吸水性樹脂を得た。

【0083】

（操作 c 1-5）

得られた表面が架橋された吸水性樹脂 100 重量部を 150℃ に加熱し、攪拌下にカリウムミョウバン（硫酸カリウムアルミニウム 12 水和物）1.6 重量部を均一に 5 分間混合し、比較水性液吸収剤（1）を得た。比較水性液吸収剤（1）の諸物性を表 2 に示す。

〔比較例 2〕

比較例 1（操作 c 1-2）のスクリュウ式押し出し機（平賀工作所製、チョッパー、MODEL: TB-32 型、多孔板の孔径 9.5 mm、多孔板の厚み 5.0 mm、スクリュウ回転数: 32.5 rpm）の多孔板の孔径を 2.4 mm に変更した。孔径 = 2.4 mm では含水重合体（含水ゲル）は粉碎できずにスクリュウ式押し出し機の中で詰まってしま

った。

【0084】

〔比較例3〕

実施例7（操作7-1）のアクリル酸ナトリウムの水溶液を70モル%のアクリル酸ナトリウム水溶液5433.2g（単量体濃度39.5重量%）に変更し、ポリエチレングリコールジアクリレートの量を12.83g（0.1モル%）に変更し、10重量%過硫酸ナトリウム水溶液の量を29.43gおよび0.1重量%L-アスコルビン酸水溶液の量を24.53gに変更し、実施例7（操作7-2）の操作を省き、実施例7（操作7-5）の代わりに実施例1（操作1-5）と同様の操作を行った以外は実施例7と同様の操作を行い、比較水性液吸収剤（3）を得た。比較水性液吸収剤（3）の諸物性を表2に示す。なお、得られた比較水性液吸収剤（3）の嵩比重は0.68g/mlであった。

【0085】

〔比較例4〕

実施例7（操作7-1）のアクリル酸ナトリウム水溶液の量を5385.1g（単量体濃度37.8重量%）に変更し、ポリエチレングリコールジアクリレートの量を62.42g（0.5モル%）に変更し、10重量%過硫酸ナトリウム水溶液の量を28.64gおよび0.1重量%L-アスコルビン酸水溶液の量を23.87gに変更し、実施例7（操作7-2）の操作を省き、実施例7（操作7-3）における目開き600 μ m JIS標準篩を目開き850 μ mのJIS標準篩に変更し、（操作7-4）における目開き600 μ mのJIS標準篩を850 μ mのJIS標準篩に変更した。また、実施例7（操作7-5）の代わりに実施例1（操作1-5）と同様に操作を行った以外は実施例7と同様の操作を行い、比較水性液吸収剤（4）を得た。比較水性液吸収剤（4）の諸物性を表2に示す。

【0086】

〔比較例5〕

比較例4において、（操作7-3）における目開き850 μ mおよび目開き150 μ mのJIS標準篩で分級するところを、目開き300 μ mのJIS標準篩を通過させた吸水性樹脂（150 μ m以下の粒子が13重量%含まれていた）を用いることとした以外は比較例4と同様の操作を行い、比較水性液吸収剤（5）を得た。比較水性液吸収剤（5）の諸物性を表2に示す。

〔比較例6〕

実施例7（操作7-1）のポリエチレングリコールジアクリレート65.79g（0.5モル%）を92.11g（0.7モル%）に変更し、実施例7（操作7-2）のドームグランを、スクリュウ式押し出し機（平賀工作所製、チョッパー、MODEL:TB-32型、多孔板の孔径4.5mm、多孔板の厚み5.0mm、スクリュウ回転数:32.5rpm）に変更し、含水ゲルの供給速度を1300g/minとした。また、実施例7記載の（操作7-4）と（操作7-5）を行わず、（操作7-3）の後に得た吸水性樹脂を、比較水性液吸収剤（6）とした。比較水性液吸収剤（6）の諸物性を表2に示す。

【0087】

〔比較例7〕

実施例7（操作7-1）のポリエチレングリコールジアクリレート65.79g（0.5モル%）を92.11g（0.7モル%）に変更し、実施例7（操作7-2）のドームグランを、スクリュウ式押し出し機（平賀工作所製、チョッパー、MODEL:TB-32型、多孔板の孔径4.5mm、多孔板の厚み5.0mm、スクリュウ回転数:32.5rpm）に変更し、含水ゲルを1300g/minで供給すると同時にグリセリンを300g/分で供給した。（操作7-3）と（操作7-5）は実施例7と同様に行ったが、（操作7-4）は行わずに得た吸水性樹脂粒子を比較水性液吸収剤（7）とした。比較水性液吸収剤（7）の諸物性を表2に示す。

【0088】

【表 1】

	内部 架橋 剤量 (mol %)	ゲル 粉碎 機	多孔 板の 孔径 (mm)	CRC (g/g)	SFC ($\times 10^{-7}$ cm^3 $\cdot \text{s/g}$)	FSR (g/g/s)	Wet Porosity (%)	AAP (g/g)	D50 (μm)	$\sigma \xi$	150~600 μm の 割合 (重量 %)	150~500 μm の 割合 (重量 %)	AAP /CRC
水性液吸収剤(1)	0.5	D G	1.2	12.7	800	0.50	38.5	16.2	331	0.32	98.7	98.7	1.28
水性液吸収剤(2)	0.5	D G	1.5	14.2	871	0.50	38.6	17.3	335	0.35	96.4	90.9	1.22
水性液吸収剤(3)	1.0	D G	1.5	12.4	505	1.82	37.1	14.5	330	0.32	98.1	98.1	1.17
水性液吸収剤(4)	0.5	D G	1.5	14.0	407	2.00	32.6	17.1	314	0.35	96.2	93.9	1.22
水性液吸収剤(5)	0.5	M C	3.1	14.5	510	0.95	36.5	16.7	325	0.34	96.5	94.0	1.15
水性液吸収剤(6)	0.5	D G	1.2	12.7	611	0.69	35.1	16.1	332	0.32	99.1	93.9	1.27
水性液吸収剤(7)	0.5	D G	3.4/2.0	13.1	732	0.43	35.2	16.9	308	0.36	98.6	98.6	1.29
水性液吸収剤(8)	0.7	D G	1.5	13.4	447	0.99	37.7	17.7	308	0.36	98.3	96.3	1.32
水性液吸収剤(9)	0.7	D G	3.4/2.0	11.7	710	0.35	39.0	15.1	324	0.32	98.4	94.9	1.29
水性液吸収剤(10)	0.7	M C	4.5	12.7	408	0.27	33.8	16.3	336	0.35	97.5	93.5	1.28
水性液吸収剤(11)	0.7	M C	4.5	11.9	762	0.24	35.9	15.5	340	0.33	97.9	93.5	1.30
水性液吸収剤(12)	0.7	M C	4.5	12.6	450	0.33	28.9	16.0	341	0.33	98.7	94.3	1.27
水性液吸収剤(13)	0.7	M C	4.5	12.1	1000	0.34	39.0	14.8	350	0.25	99.9	95.8	1.22
水性液吸収剤(14)	0.7	M C	2.4	12.4	529	0.67	37.0	14.3	345	0.33	98.3	91.8	1.15

ゲル粉碎機: D G (球面状ダイを有する前押し出し式スクリー型押し出し造粒機 (ドームグラシン、不二パウダル株式会社製))

M C (スクリーウ式押し出し機 (平賀工作所製、チョッパー))

【表 2】

	内部 架橋 剤量 (mol %)	ゲル 粉碎 機	多孔 板の 孔径 (mm)	CRC (g/g)	SFC ($\times 10^{-7}$ cm^3 ·s/g)	FSR (g/g/s)	Wet Porosity (%)	AAP (g/g)	D50 (μm)	σ ξ	150~600 μm の 割合 (重量 %)	150~500 μm の 割合 (重量 %)	AAP /CRC
水性液吸収剤(15)	0.7	MC	4.5	11.1	510	0.35	34.2	13.5	322	0.36	97.4	94.7	1.22
水性液吸収剤(16)	0.7	MC	4.5	11.0	1040	0.30	39.5	17.1	323	0.35	97.6	94.8	1.55
水性液吸収剤(17)	0.5	なし	-	10.0	1017	0.20	30.9	18.0	329	0.39	96.7	91.5	1.80
水性液吸収剤(18)	0.5	MC	9.5	13.9	557	0.23	29.8	16.3	334	0.37	97.0	93.8	1.17
水性液吸収剤(19)	0.5	ハミ	-	13.0	403	0.39	31.5	16.3	333	0.34	99.0	98.0	1.25
水性液吸収剤(20)	0.7	MC	4.5	10.1	953	0.24	37.7	17.5	324	0.36	97.5	94.7	1.73
水性液吸収剤(21)	1.0	MC	4.5	10.8	501	0.70	37.2	17.4	347	0.33	98.4	91.6	1.61
水性液吸収剤(22)	0.75	MC	4.5	10.0	1215	0.20	38.1	18.2	323	0.36	97.3	94.6	1.82
比較水性液吸収剤(1)	0.1	MC	9.5	25.8	140	0.37	34.2	23.1	331	0.32	96.0	93.0	0.90
比較水性液吸収剤(2)	0.1	MC	2.4	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
比較水性液吸収剤(3)	0.1	-	-	25.6	104	0.36	34.0	23.0	323	0.36	97.2	94.5	0.90
比較水性液吸収剤(4)	0.5	-	-	15.9	847	0.13	35.2	15.5	461	0.44	67.2	52.2	0.97
比較水性液吸収剤(5)	0.5	-	-	13.8	347	0.35	14.3	13.5	210	0.15	87.0	87.0	0.98
比較水性液吸収剤(6)	0.7	MC	4.5	18.0	8	0.35	16.2	17.0	308	0.36	98.7	95.6	0.94
比較水性液吸収剤(7)	0.7	MC	4.5	10.6	317	0.30	28.1	11.0	319	0.37	97.5	96.5	1.04

ゲル粉碎機: DG (球面状ダイを有する前押し出し式スクリュー型押し出し造粒機 (ドームグラン、不二パウダル株式会社製))

MC (スクリュー式押し出し機 (平賀工作所製、チョッパー))

【産業上の利用可能性】

【0090】

本発明によれば、例えば、おむつなどの衛生材料中の吸収体を本発明にかかる水性液吸収剤を含んで構成することで、水性液をすばやく吸収することができ、また、水性液をより広い範囲に拡散することができ、さらに、水性液吸収剤が吸収した水性液以上の量の水性液を保持できるので、衛生材料を薄型化できるなど、衛生材料用途その他の用途において顕著な働きをすることができる。

【図面の簡単な説明】

【0091】

【図1】AAPの測定に用いる測定装置の概略の断面図である。

【図2】SFCの測定に用いる測定装置の概略の断面図である。

【図3】SFCの測定に用いる測定装置の一部の概略の断面図である。

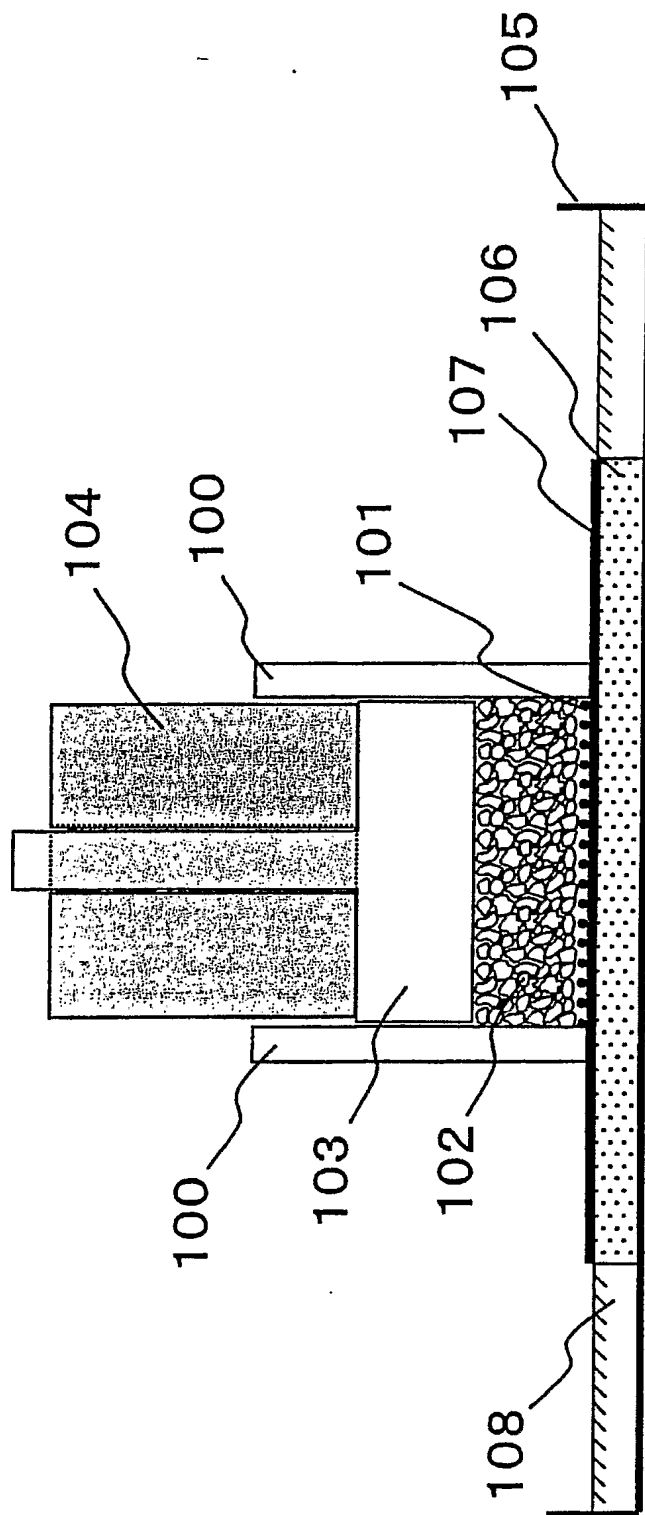
【図4】SFCの測定に用いる測定装置のピストンヘッドの底面図である。

【符号の説明】

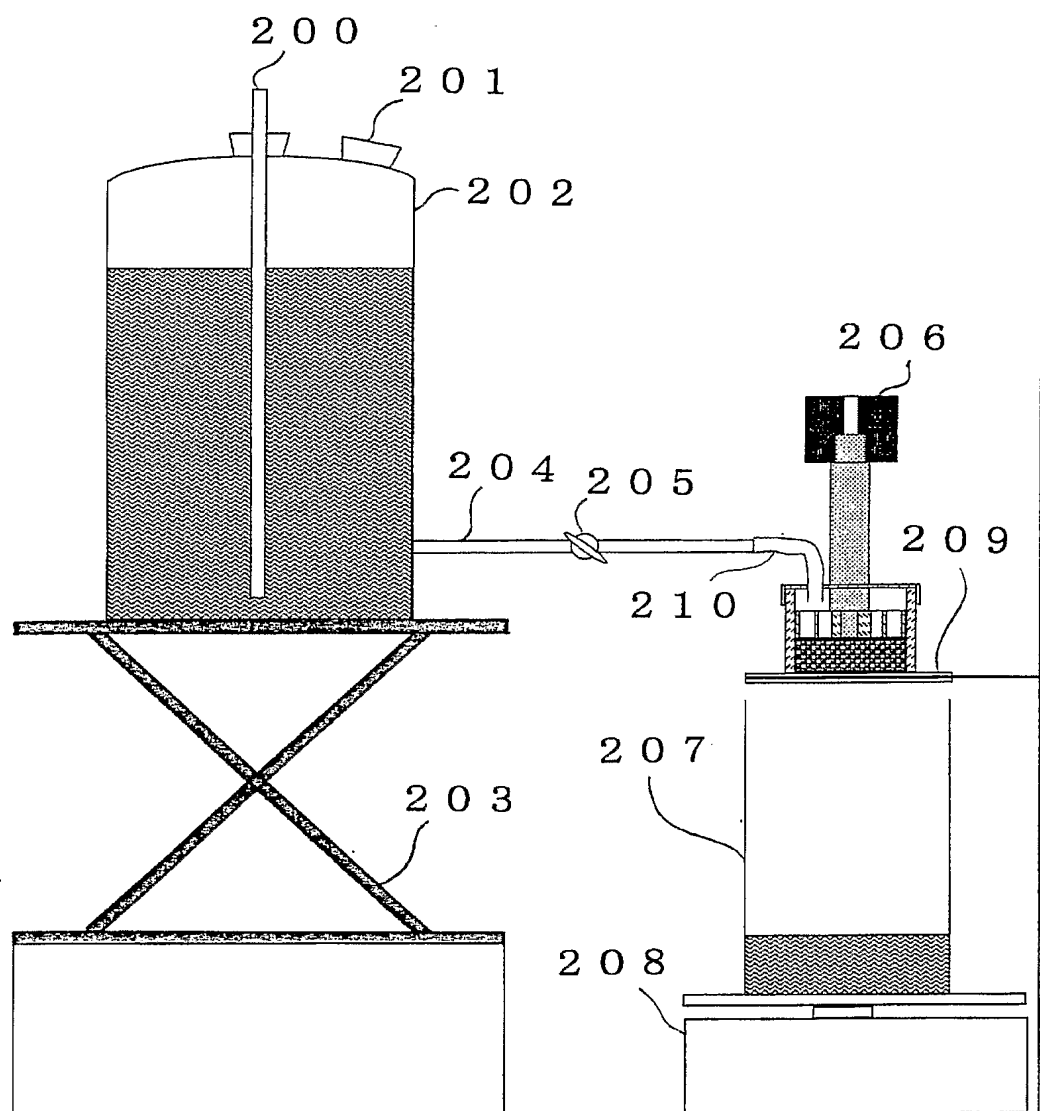
【0092】

- 100 プラスチックの支持円筒
- 101 ステンレス製400メッシュの金網
- 102 膨潤ゲル（水性液吸収剤）
- 103 ピストン
- 104 荷重（おもり）
- 105 ペトリ皿
- 106 ガラスフィルター
- 107 濾紙
- 108 生理食塩水
- 200 末端の開いたガラス管およびゴム栓部
- 201 ゴム栓部
- 202 貯蔵タンク
- 203 ラボジャッキ
- 204 バルブを備えたガラス管
- 205 バルブ
- 206 SFC器具
- 207 捕集タンク
- 208 天秤
- 209 支持体
- 210 フレキシブルチューブ
- 211 重り
- 212 ピストン
- 213 カバー
- 214 シリンダー
- 215 ピストンヘッド
- 216 400メッシュのワイヤーメッシュ
- 217 膨潤した水性液吸収剤

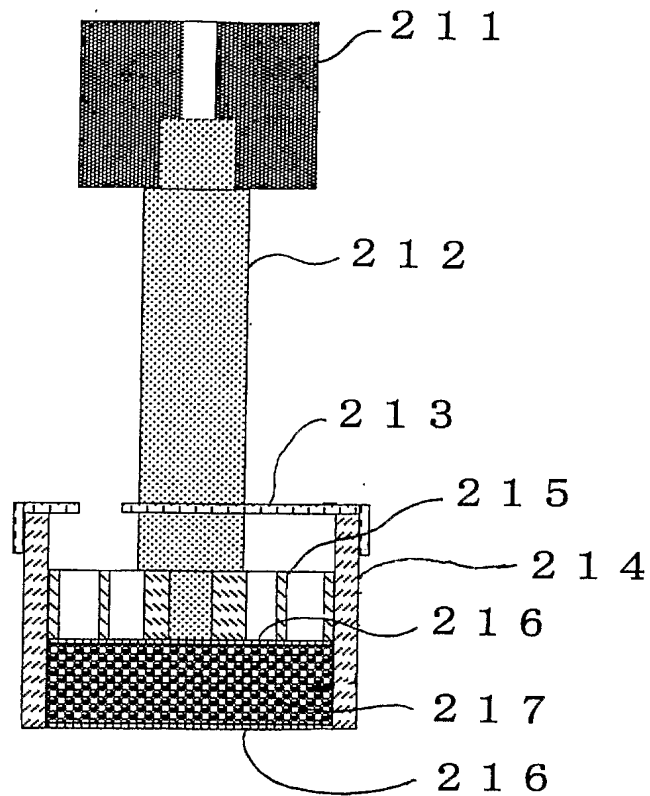
【書類名】 図面
【図 1】



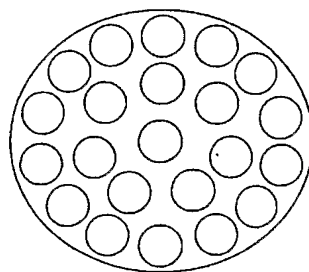
【図 2】



【図 3】



【図 4】



【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 吸水性樹脂粒子を必須として含み、衛生材料における用途に適した水性液吸収剤を提供する。

【解決手段】 本発明の水性液吸収剤は、水溶性エチレン性不飽和モノマーを重合して得られ内部に架橋構造を有する吸水性樹脂粒子を必須とする水性液吸収剤であって、該水性液吸収剤は、吸収速度 (FSR) が 0.2 g/g/s 以上、吸水倍率 (CRC) が $5 \sim 25 \text{ g/g}$ 、生理食塩水流れ誘導性 (SFC) が $400 \times 10^{-7} \text{ cm}^3 \cdot \text{s/g}$ 以上、そして、湿潤下粒子間間隙率 (Wet Porosity) が 20% 以上であり、かかる水性液吸収剤を得るための本発明の方法は、水溶性エチレン性不飽和モノマーと該モノマーに対して 0.2 モル% 以上の内部架橋剤を含むモノマー水溶液から含水ゲルを得て、この含水ゲルを孔径 $0.3 \sim 6.4 \text{ mm}$ の多孔構造から押し出すことにより粉碎することの特徴とする。

【選択図】 なし

特願 2 0 0 4 - 1 0 5 1 1 7

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号 [0 0 0 0 0 4 6 2 8]

1. 変更年月日 2 0 0 0 年 1 2 月 6 日

[変更理由]

住所変更

住 所

大阪府大阪市中央区高麗橋 4 丁目 1 番 1 号

氏 名

株式会社日本触媒